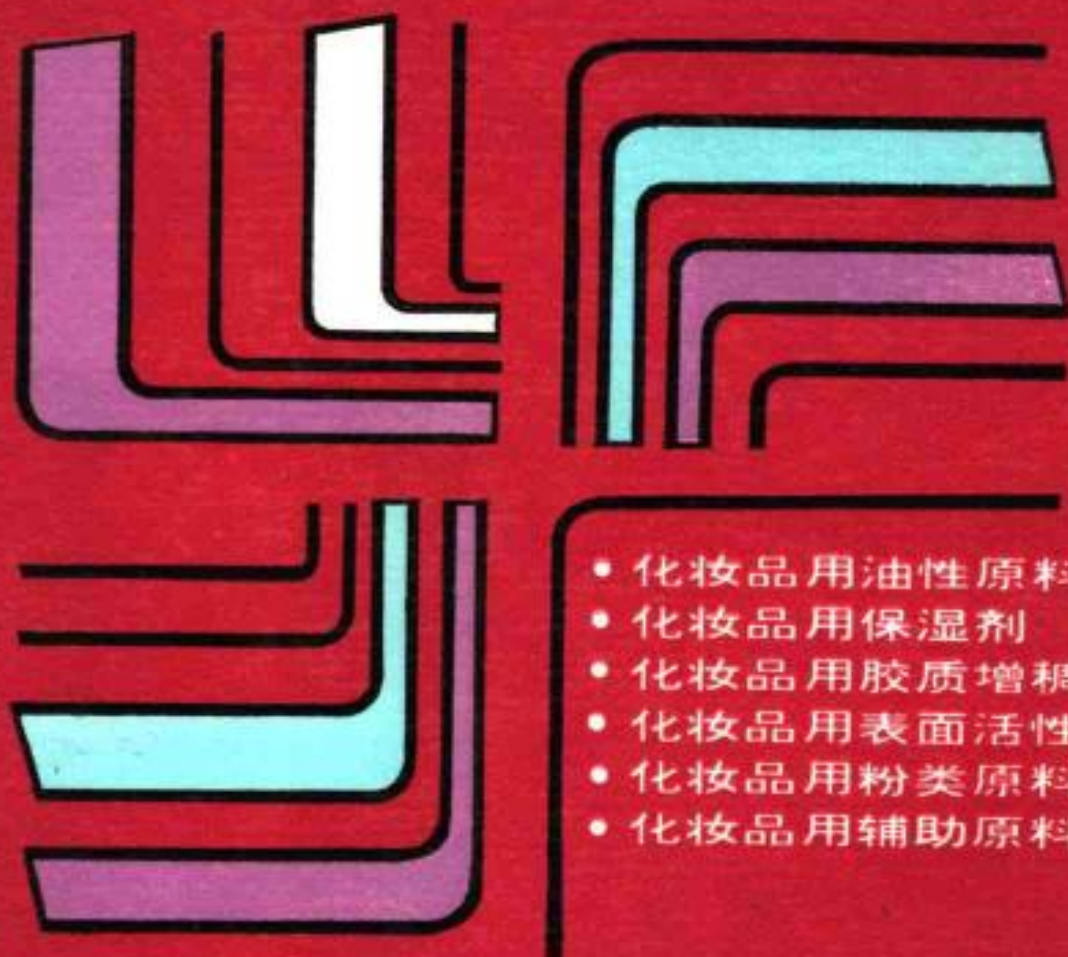


化妆品原料 技术标准

宋国艾·杨根源·陈勉哉·编译



- 化妆品用油性原料
- 化妆品用保湿剂
- 化妆品用胶质增稠剂
- 化妆品用表面活性剂
- 化妆品用粉类原料
- 化妆品用辅助原料

CHINA LIGHT INDUSTRY PRESS

• 中国轻工业出版社

责任编辑: 劳国强
章爱斌
责任校对: 邱静波
责任终审: 廖炎福

封面设计: 崔 云
版式设计: 智苏姝
责任监制: 徐兆华

• 化妆品原料技术标准 •

ISBN 7-5019-1528-8/TQ-073

定价: 60.00 元

化妆品原料技术标准

宋国艾 杨根源 陈勉哉 编译

中国轻工业出版社

(京) 新登字 034 号

内 容 提 要

本书详细地介绍了 586 种化妆品原料,包括基础原料:油脂类、粉类、表面活性剂、增稠剂、保湿剂、抗菌防腐剂、收敛剂、抗氧化剂、防晒剂、营养添加剂、颜料色素及其他辅助原料等品种的规格、技术标准和质量检验方法。书中内容分四个部分:第一部分,化妆品原料品种技术标准;第二部分,一般试验方法;第三部分,溶液及计量用器;第四部分,化妆品原料名称和特种试药中英文对照。本书附录集编了现行的化妆品标准,可为提高化妆品原料质量和化妆品的安全性提供借鉴。

该书适用于化妆品原料、精细化工、化妆品生产、大专院校、科研单位等工程技术人员阅读,亦可作手册使用。

化妆品原料技术标准

宋国文 杨根源 陈勉哉 编译
劳国强 章爱娣 责任编辑

中国轻工业出版社出版
(北京市东长安街 6 号)
北京市广益印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
各地新华书店经售

787×1092 毫米 1/16 印张: 48.25 字数: 1158 千字

1994 年 4 月 第 1 版第 1 次印刷

印数: 1—4 000 定价: 60.00 元

ISBN 7-5019-1528-8/TQ·072

前 言

化妆品是和人体直接接触的物质，对安全和卫生的要求很高。各国都对它有安全方面的立法。例如日本规定，化妆品必须符合药事法（昭和 35 年法律第 145 号）的要求；美国则规定化妆品受食品和医药管理局（Food and Drug Administration 或 FDA）的管理；我国对化妆品也实行了管理。

日本药事法对化妆品规定了定义：“化妆品是用于人体清洁、美化、增加魅力，或使容貌改观，并能保持皮肤和头发健康的物质。使用涂擦、散布等手段以达上述目的，要求化妆品是对人体作用缓和的产品。”

本书参考了国外有关版本和技术资料（特别是日本《化妆品原料基准》和 87 年增补注释），集编了 586 种原料质量标准和试验方法。在这 586 种原料中，有 98 种对某些人的皮肤有过敏反应，必须在其包装上表示出来，叫做“表示成份”。表示的目的是使顾客在购买商品时可以选择，避免产生过敏。为方便读者，本书增加了化妆品原料品种名称中英文对照和化妆品原料试验用特种试药中英文对照。本书附录集编了现行的化妆品标准。

我国化妆品工业近年来发展很快，化妆品原料的品种也在不断增加，但与经济发达的国家相比，还有较大的距离。关键在于：我国化妆品原料工业还未很好发展，表现在原料品种少，而且供应紧张。为了促进我国化妆品工业的发展，提高化妆品原料的质量和配套能力，增加化妆品的安全性，我们编译了《化妆品原料技术标准》一书。本书对各种化妆品原料的规格、标准和质量检验方法等，作了详细的介绍，可为发展我国化妆品原料提供参考。掌握这方面的分析检验方法，举一反三，对开发化妆品新原料也大有帮助。本书可供化妆品原料厂、精细化工厂、化妆品生产厂、大专院校、科研单位等工程技术及生产人员作为手册使用或作参考。

参加本书编译工作的有江苏省日用化工研究所宋国艾、杨根源、陈勉哉三同志，并由杨根源同志总校。限于水平，错误和不当之处，在所难免，敬请读者批评指正。

编译者

1993 年 4 月

化妆品原料技术标准说明

1. 本技术标准是在参考国外有关版本和技术资料的基础上编译的，它规定了原料的性状和质量标准。
2. 在各条化妆品原料名称的后面，部分附有别名，并在下面附有英文名称。
3. 化妆品原料是否合用，可根据化妆品原料各条的规定，参照凡例及一般试验法的规定进行判定。
4. 在物质名称后面（ ）或[]所附记的为分子式，表示的是化学纯物质。
5. 主要计量单位，采用如下记号

米	m	分米	dm	厘米	cm
毫米	mm	微米	μm	纳米	nm
平方厘米	cm^2	升	L	毫升	ml
微升	μl	公斤	kg	克	g
毫克	mg	微克	μg	毫米汞柱	mmHg
厘泊	cSt	帕·秒	Pa·s	当量	N

6. %表示重量百分率， $W/V\%$ 为重量对容量的百分率， $V/V\%$ 为容量百分率， $V/W\%$ 为容量对重量的百分率，ppm 为重量百万分率。
7. 温度的表示，采用摄氏，在阿拉伯数字的右上角附上 $^{\circ}$ 表示。
8. 以 20° 作为标准温度， $15\sim 25^{\circ}$ 为常温， $1\sim 30^{\circ}$ 为室温，以 $30\sim 40^{\circ}$ 为微温；冷处，除了另有规定以外，是指在 15° 以下的场所。
冷水指 10° 以下的水，微温水为 $30\sim 40^{\circ}$ ，温水为 $60\sim 70^{\circ}$ ，热水约为 100° 的水。
热溶媒或加热后溶媒，是指将该溶媒加热至接近其沸点的溶媒，温溶媒或加温后溶媒是指加热至 $60\sim 70^{\circ}$ 的溶媒。在水浴上或水浴中加热，除了另有规定以外，是指使用沸腾的水浴加热或在 100° 蒸汽浴中加热。
9. 滴数的计量，是以 20° 的精制水 20 滴，滴下的重量为 $0.90\sim 1.10\text{ g}$ 所用的滴液器具进行计量的。
10. 减压，除了另有规定以外，是指压力在 15 mmHg 以下。
11. 表示液体的酸性、碱性或中性时，除了另有规定以外，使用石蕊试纸检测。要精确表示液体酸碱性时，则用 pH 值表示。

此外，若用微酸性、弱酸性、强酸性、微碱性、弱碱性、强碱性等记录时，则其酸碱程度所属的 pH 范围大致如下：

	pH 范围		pH 范围
微酸性	约 $5\sim 6.5$	微碱性	约 $7.5\sim 9$
弱酸性	约 $3\sim 5$	弱碱性	约 $9\sim 11$
强酸性	约 3 以下	强碱性	约 11 以上

12. 在化妆品原料各条及一般试验法中所用的比色液、试药、试液、标准液、容量分析用标准液，计量器和容器，除了另有规定以外，均采用一般试验法所规定的。此外，试验所用的水，除另有规定以外，都使用精制水。
13. 溶液若没有表明其溶媒，则表示为水溶液。
14. 溶液浓度若以 (1→3)，(1→10)，(1→100) 等表示时，是表示固体物质 1g，用液状物质 1 ml 为溶媒溶解后，将其全量分别加溶媒至 3 ml，10 ml，100 ml 等。此外，混合液用 (10:1) 或 (5:3:1) 等表示时，则为液状物质 10 容量和 1 容量的混合液，或为 5 容量和 3 容量和 1 容量的混合液等。
15. “精密称量”表示是用化学量进行计量。“正确称量”是指根据指示值的重量计量，达到其数值的位数。
16. 化妆品原料的试验，除了另有规定者以外，在常温下进行试验，操作后马上进行观察。但是，若受到温度的影响，则以在标准温度时的状态为基准。
17. 记为白色的物品，为白色或近乎白色；记为无色的物品，为无色或近乎无色。试验色调时，除另有规定以外，固体化妆品原料取 1g 置于白纸上观察。液状化妆品原料，则倒入内径 15 mm 的无色试管中，用白色背景，用液层 30 mm 进行观察。试验液状化妆品原料的澄明性时，使用黑色或白色的背景，用上述方法观察。观察液状化妆品原料的荧光时，使用黑色的背景，不要用白色背景。
18. 记录性状项目气味时，无臭可记为没有气味，或几乎没有气味；试验气味时，除另有规定者以外，取 1g 物料置 100 ml 烧杯中进行试验。
19. 确认试验，是试验化妆品原料或化妆品原料中所含的主要成分，根据其特性进行必要的确认试验，除了另有规定者以外，使用内径 8~15 mm 的试验管进行试验。此外，若液状试料没有规定其采取量时，其采取量为 2~5 ml。
20. 纯度试验的目的，是试验化妆品原料中的混杂物。化妆品原料的纯度，要和化妆品原料的其他试验项目，同时进行试验，以确定化妆品原料的纯度。通常，化妆品原料中混杂物的种类和含量限度，是有规定的，作为试验对象的混杂物，预计是在化妆品原料制造过程中或保存期间混入的，有害混杂物之例如重金属、砷等。此外，有时还使用外加物质，需进行试验。
21. 在化妆品原料试验时，将化妆品原料溶于溶媒或混合时，可以看出是澄明溶解，或以任何比例澄明混合，是否有纤维等物质存在，或有极少量仅可识别的不溶物存在。
22. 记录澄明或近乎澄明时，以如下方法为标准：
 - (1) 澄明：浊度标准液 0.2 ml，加水至 20 ml，于其中添加稀释硝酸 (1→3) 1 ml，糊精溶液 (1→50) 0.2 ml 及硝酸银试液 1 ml，放置 15 分钟时的浊度为标准，不超过为澄明，但浮游物等异物的混入几乎不能认出。
 - (2) 近乎澄明：浊度标准液 0.5 ml 加水至 20 ml，于其中添加稀释硝酸 (1→3) 1 ml，糊精溶液 (1→50) 0.2 ml 及硝酸银试液 1 ml，经 15 分钟放置后在此浊度以下为近乎澄明，但浮游物等异物的混入几乎不能认出。浊度标准液：0.1 N 盐酸 14.1 ml 加水冲至正确 50 ml，取其 10.0 ml，加水冲至

正确达到 1000 ml (浊度标准液中的 Cl^- 和硝酸银溶液中的 Ag^+ 起反应, 生成 AgCl)。

23. 所谓“干燥或强热至恒量”, 是指连续干燥或强热 1 小时, 前后称量之差以化学量计在 0.5 mg 以下, 以微量化学计在 0.01 mg 以下。但是, 全量超过 1 g 时, 前后称量之差在 0.1% 以下为好。
24. 定量法是将化妆品原料的成分分量用物理或化学的方法进行测定的试验方法。这种试验法所使用的滤纸, 除了另有规定的以外, 使用定量分析用滤纸。
25. 带有“约”字的供定量试验的试料采取量, 可在记载量的 $\pm 10\%$ 范围内波动。关于试样有“干燥”的要求时, 可根据该化妆品原料的干燥减量项在同样条件下进行干燥即可。
26. 关于在化妆品原料各条的定量法所得的成分含量值, 单以某%以上表示时, 当其上限没有表示时, 以 101.0% 为上限。
27. 若用其它试验方法代替化妆品原料标准所规定的试验方法时, 如果其正确度和精密度超过规定的方法时, 该方法就可以采用, 但是, 若其结果存在问题时, 则仍以规定的方法作最终判定。
28. 在一般试验法中, 为了简略起见, 用“各条”代替“化妆品原料各条”。
29. 由于化妆品原料品种繁多, 性能各异, 往往一种原料可能具有多种功能而难以明确分类, 因此, 这里只能按原料的物性和特点, 作一般的分类。

目 录

第一部分 化妆品原料品种技术标准

一、化妆品用油性原料	3
(一) 油脂类	3
1. 椰子油	3
2. 棉籽油	3
3. 貂油	4
4. 蓖麻油	4
5. 桃仁油	5
6. 山茶油	5
7. 大豆油	6
8. 红花油	6
9. 芝麻油	6
10. 鳄梨油	7
11. 杏仁油	7
12. 橄榄油	8
13. 硬化油	8
14. 可可脂	9
15. 羊毛脂	9
16. 硬质羊毛脂	10
17. 液状羊毛脂	10
(二) 蜡类	11
1. 巴西棕榈蜡	11
2. 小烛树蜡	11
3. 野漆树蜡	12
4. 蜂蜡	12
5. 漂白蜂蜡	13
6. 鲸蜡	13
(三) 脂肪醇类	14
1. 月桂醇	14
2. 辛基十二醇	14

3. 油醇	15
4. 硬脂醇	15
5. 鲸蜡醇	15
6. 鲸蜡十八烷醇	16
7. 山萘醇	16
8. 羊毛醇	17
9. 氢化羊毛醇	17
(四) 脂肪酸类	18
1. 月桂酸	18
2. 豆蔻酸	18
3. 棕榈酸	19
4. 油酸	19
5. 硬脂酸	20
6. 异硬脂酸	20
7. 山萘酸	21
8. 羊毛脂肪酸	21
9. 软质羊毛脂肪酸	22
10. 硬质羊毛脂肪酸	22
(五) 矿物烃类	23
1. 轻质液体异链烷烃	23
2. 液体异链烷烃 (液体聚异丁烯)	24
3. 石蜡	25
4. 石蜡油	26
5. 凡士林	26
6. 微晶蜡	27
7. 地蜡	27
(六) 合成酯类 (润肤剂)	28
1. 月桂酸己酯	28
2. 十四醇乳酸酯	28
3. 十六醇乳酸酯	28
4. 豆蔻酸异丙酯	29
5. 豆蔻酸豆蔻基酯	29
6. 豆蔻酸 2-辛基十二醇酯	30
7. 甘油基三豆蔻酸酯	30
8. 棕榈酸异丙酯	31
9. 油酸癸酯	31
10. 油酸辛基十二醇酯	31
11. 聚乙二醇单油酸酯	32

12. 亲油型单油酸甘油酯·····	33
13. 丙二醇二油酸酯·····	33
14. 硬脂酸丁酯·····	34
15. 乙二醇单硬脂酸酯·····	34
16. 丙二醇单硬脂酸酯·····	35
17. 亲油型单硬脂酸甘油酯·····	35
18. 氢化羊毛脂·····	36
19. 乙酰化羊毛脂·····	36
20. 羊毛脂肪酸异丙酯·····	37
21. 鲸蜡醇肉豆蔻酸酯·····	37
二、化妆品用保湿剂·····	39
1. 丙二醇·····	39
2. 双丙二醇·····	39
3. 甘油·····	40
4. 浓甘油·····	41
5. 双甘油·····	42
6. 1,3-丁二醇·····	43
7. 己二醇 (2-甲基-2, 4-戊二醇)·····	44
8. 木糖醇·····	45
9. D-甘露糖醇·····	46
10. 山梨醇·····	47
11. 山梨醇液·····	48
12. 鲨肝醇·····	49
13. 聚乙烯醇·····	50
14. 羧乙烯基聚合物·····	50
15. 聚乙二醇 200·····	51
16. 聚乙二醇 300·····	52
17. 聚乙二醇 400·····	53
18. 聚乙烯吡咯烷酮·····	53
19. DL-吡咯烷酮羧酸·····	54
20. DL-吡咯烷酮羧酸钠溶液·····	55
21. 藻酸钠·····	55
22. 藻酸丙二醇酯·····	56
23. 蜂蜜·····	57
24. 黄蓍胶·····	58
25. 阿拉伯树胶·····	58
三、化妆品用胶质增稠剂·····	59
(一) 有机胶质增稠剂·····	59

1. 明胶	59
2. 紫胶	60
3. 角叉菜胶	61
4. 甲基纤维素	61
5. 羧甲基纤维素钠	62
6. 乙基纤维素	63
7. 羟乙基纤维素	64
8. 羟丙基纤维素	65
9. 硝化纤维素	66
10. 微晶纤维素	66
11. 聚乙二醇 600	67
12. 聚乙二醇 1000	67
13. 聚乙二醇 1500	68
14. 聚乙二醇 4000	68
15. 聚乙二醇 6000	68
16. 聚乙二醇 20000	69
17. 聚丙烯酸钠	69
18. 丙烯酸树脂烷醇胺溶液	70
19. 甲氧基乙烯马来酐共聚物	71
(二) 无机胶质增稠剂	72
1. 无水硅酸	72
2. 硅酸钠	72
3. 硅树脂	73
4. 天然硅酸铝	74
5. 合成硅酸铝	75
6. 硅酸铝镁	76
7. 硅酸镁	76
四、化妆品用表面活性剂	78
(一) 阴离子表面活性剂	78
1. 月桂基硫酸钠	78
2. 月桂基硫酸三乙醇胺	78
3. α -烯烃磺酸钠	79
4. 月桂酰甲基牛磺酸钠	80
5. 月桂酰甲基牛磺酸钠液	81
6. 十六烷基硫酸钠	82
7. 皂坯	82
8. 自乳化型单硬脂酸甘油酯	83
9. <i>N</i> -月桂酰肌氨酸钠	84

10. <i>N</i> -月桂酰-L-谷氨酸钠·····	85
11. <i>N</i> -肉豆蔻酰-L-谷氨酸钠·····	86
12. <i>N</i> -硬脂酰-L-谷氨酸钠·····	87
13. 聚氧乙烯月桂醚硫酸钠·····	88
14. 聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐·····	88
(二) 阳离子表面活性剂·····	89
1. 十二烷基三甲基氯化铵·····	89
2. 十六烷基三甲基氯化铵·····	91
3. 十六烷基三甲基溴化铵·····	92
4. 烷基三甲基氯化铵·····	94
5. 硬脂基三甲基氯化铵·····	95
6. 硬脂基二甲基苄基氯化铵·····	96
7. 二硬脂基二甲基氯化铵·····	97
8. 氯化苄鎓·····	98
9. 氯化苄鎓液·····	98
10. 氯化苄杀鎓·····	99
11. 氯化苄杀鎓液·····	100
12. 氯化十六烷基吡啶鎓·····	100
13. 烷基异喹啉鎓溴化物溶液·····	101
14. 杜米吩溴化物·····	102
(三) 两性表面活性剂·····	103
1. 月桂基二甲基氨基乙酸甜菜碱·····	103
2. 2-烷基- <i>N</i> -羧甲基- <i>N</i> -羟乙基咪唑啉甜菜碱·····	103
(四) 非离子表面活性剂·····	104
1. 椰子油脂肪酸单乙醇酰胺·····	104
2. 椰子油脂肪酸二乙醇酰胺·····	105
3. 月桂酸二乙醇酰胺·····	105
4. 硬脂酸乙醇酰胺·····	106
5. 硬脂酸二乙醇酰胺·····	107
6. 蔗糖脂肪酸酯·····	109
7. 失水山梨醇单月桂酸酯·····	109
8. 失水山梨醇单棕榈酸酯·····	110
9. 失水山梨醇单油酸酯·····	110
10. 失水山梨醇倍半油酸酯·····	111
11. 失水山梨醇三油酸酯·····	111
12. 失水山梨醇单硬脂酸酯·····	112
13. 失水山梨醇单异硬脂酸酯·····	112
14. 失水山梨醇倍半硬脂酸酯·····	113

15. 失水山梨醇三硬脂酸酯	114
16. 聚乙二醇单月桂酸酯	115
17. 聚乙二醇单硬脂酸酯	115
18. 聚氧乙烯月桂基醚	116
19. 聚氧乙烯月桂醚磷酸酯	116
20. 聚氧乙烯月桂醚磷酸钠	116
21. 聚氧乙烯山梨醇单月桂酸酯	117
22. 聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇单月桂酸酯	117
23. 聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇单棕榈酸酯	117
24. 聚氧乙烯 (6 E.O.) 失水山梨醇单油酸酯	118
25. 聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇单油酸酯	118
26. 聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇三油酸酯	119
27. 聚氧乙烯山梨醇四油酸酯	119
28. 聚氧乙烯 (6 E.O.) 失水山梨醇单硬脂酸酯	120
29. 聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇单硬脂酸酯	120
30. 聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇三硬脂酸酯	121
31. 聚氧乙烯山梨醇六硬脂酸酯	121
32. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇	122
33. 聚氧乙烯 (4) 聚氧丙烯 (2) 二醇	122
34. 聚氧乙烯 (6) 聚氧丙烯 (2) 二醇	123
35. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (2) 二醇	123
36. 聚氧乙烯 (3) 聚氧丙烯 (17) 二醇	123
37. 聚氧乙烯 (8) 聚氧丙烯 (17) 二醇	124
38. 聚氧乙烯 (16) 聚氧丙烯 (17) 二醇	124
39. 聚氧乙烯 (23) 聚氧丙烯 (17) 二醇	124
40. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (20) 二醇	125
41. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (30) 二醇	125
42. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (30) 二醇	125
43. 聚氧乙烯 (25) 聚氧丙烯 (30) 二醇	126
44. 聚氧乙烯 (160) 聚氧丙烯 (30) 二醇	126
45. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (33) 二醇	126
46. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (35) 二醇	127
47. 聚氧乙烯 (12) 聚氧丙烯 (35) 二醇	127
48. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (35) 二醇	127
49. 聚氧乙烯 (150) 聚氧丙烯 (35) 二醇	128
50. 聚氧乙烯 (35) 聚氧丙烯 (40) 二醇	128
51. 聚氧乙烯 (50) 聚氧丙烯 (40) 二醇	128
52. 聚氧乙烯 (200) 聚氧丙烯 (40) 二醇	129

53. 聚氧乙烯 (7) 聚氧丙烯 (50) 二醇	129
54. 聚氧乙烯 (8) 聚氧丙烯 (55) 二醇	129
55. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (55) 二醇	130
56. 聚氧乙烯 (300) 聚氧丙烯 (55) 二醇	130
57. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (65) 二醇	130
58. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (65) 二醇	131
59. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (70) 二醇	131
60. 聚氧乙烯 (200) 聚氧丙烯 (70) 二醇	131
61. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚	132
62. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚	132
63. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚	133
64. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚	133
65. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚	134
66. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚	134
67. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚	134
68. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚	135
69. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚	135
70. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚	135
71. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚	136
72. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚	136
73. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚	136
74. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚	137
75. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚	137
76. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚	137
77. 聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚	138
78. 聚氧乙烯 (4) 聚氧丙烯 (4) 丁醚	138
79. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (5) 丁醚	139
80. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (7) 丁醚	139
81. 聚氧乙烯 (9) 聚氧丙烯 (10) 丁醚	139
82. 聚氧乙烯 (12) 聚氧丙烯 (12) 丁醚	140
83. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (15) 丁醚	140
84. 聚氧乙烯 (17) 聚氧丙烯 (17) 丁醚	140
85. 聚氧乙烯 (35) 聚氧丙烯 (28) 丁醚	141
86. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (30) 丁醚	141
87. 聚氧乙烯 (45) 聚氧丙烯 (33) 丁醚	141
88. 聚氧乙烯 (36) 聚氧丙烯 (36) 丁醚	142
89. 聚氧乙烯 (37) 聚氧丙烯 (38) 丁醚	142
90. 聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺	142

91. 聚氧乙烯 (5) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺	143
92. 聚氧乙烯 (10) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺	143
93. 聚氧乙烯 (20) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺	144
94. 聚氧乙烯羊毛脂	144
95. 聚氧乙烯 (5) 羊毛醇	145
96. 聚氧乙烯 (10) 羊毛醇	145
97. 聚氧乙烯 (15) 羊毛醇	146
98. 聚氧乙烯 (20) 羊毛醇	146
99. 聚氧乙烯 (25) 羊毛醇	146
100. 聚氧乙烯 (40) 羊毛醇	147
101. 聚氧丙烯 (2) 丁醚	147
102. 聚氧丙烯 (4) 丁醚	148
103. 聚氧丙烯 (12) 丁醚	148
104. 聚氧丙烯 (15) 丁醚	148
105. 聚氧丙烯 (17) 丁醚	149
106. 聚氧丙烯 (20) 丁醚	149
107. 聚氧丙烯 (24) 丁醚	149
108. 聚氧丙烯 (26) 丁醚	149
109. 聚氧丙烯 (30) 丁醚	150
110. 聚氧丙烯 (33) 丁醚	150
111. 聚氧丙烯 (40) 丁醚	150
112. 聚氧丙烯 (52) 丁醚	151
113. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 200[聚氧乙烯 (4) 羊毛脂肪酸]	151
114. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 300[聚氧乙烯 (7) 羊毛脂肪酸]	152
115. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 400[聚氧乙烯 (10) 羊毛脂肪酸]	152
116. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 600[聚氧乙烯 (15) 羊毛脂肪酸]	153
117. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 1000[聚氧乙烯 (20) 羊毛脂肪酸]	154
118. 聚氧乙烯十六烷基醚	154
119. 聚氧乙烯十六烷基醚磷酸酯	155
120. 聚氧乙烯十六烷基醚磷酸酯钠盐	155
121. 聚氧乙烯辛基苯基醚	155
122. 聚氧乙烯壬基苯基醚	156
123. 聚氧乙烯油基醚	156
124. 聚氧乙烯油基醚磷酸酯	156
125. 聚氧乙烯油基醚磷酸酯钠盐	157
126. 聚氧乙烯硬脂酰胺	157
127. 聚氧乙烯单硬脂酸甘油酯	158
128. 聚氧乙烯硬脂基醚	158

129. 聚氧乙烯硬脂基醚磷酸酯	158
130. 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯	159
131. 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯三乙醇胺盐	159
132. 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯钠盐	160
133. 聚氧乙烯蓖麻油	160
134. 聚氧乙烯氢化蓖麻油	160
135. 聚氧乙烯山梨醇的蜂蜡衍生物	161
五、化妆品用粉类原料	162
1. 高岭土	162
2. 膨润土	162
3. 滑石粉	163
4. 烧石膏	164
5. 云母	164
6. 氧化镁	164
7. 氧化锌	166
8. 氧化钙 (生石灰)	166
9. 轻质碳酸钙 (沉淀碳酸钙)	167
10. 重质碳酸钙	168
11. 轻质碳酸镁	169
12. 重质碳酸镁	170
13. 玉米淀粉	170
14. 大米淀粉	170
15. 小麦淀粉	171
16. 马铃薯淀粉	171
17. 月桂酸锌	171
18. 豆蔻酸镁	172
19. 豆蔻酸锌	172
20. 棕榈酸锌	173
21. 硬脂酸镁	173
22. 硬脂酸钙	173
23. 硬脂酸铝	174
24. 硬脂酸锌	175
六、化妆品用辅助原料	177
(一) 香料	177
A. 醇类	177
1. 己基癸醇	177
2. 香茅醇	177
3. 香叶醇	178

4. 苧醇·····	179
5. 苯乙醇·····	179
6. 肉桂醇·····	180
7. 芳樟醇·····	180
8. <i>l</i> -薄荷醇·····	181
9. <i>dl</i> -薄荷醇·····	182
10. 松油醇·····	183
B. 醛类·····	184
1. 癸醛·····	184
2. 香茅醛·····	184
3. 羟基香茅醛·····	185
4. 胡椒醛·····	185
5. 肉桂醛·····	186
6. α -戊基肉桂醛·····	187
C. 酮类·····	187
1. 对甲基苯乙酮·····	187
2. 紫罗兰酮·····	188
D. 酯类·····	189
1. 醋酸异戊酯·····	189
2. γ -壬内酯·····	189
3. γ -十一烷酸内酯·····	190
4. 香叶醇醋酸酯·····	190
5. 芳樟醇醋酸酯·····	191
6. 香茅醇醋酸酯·····	191
7. 醋酸苧酯·····	192
8. 水杨酸甲酯·····	192
9. 邻氨基苯甲酸甲酯·····	193
10. β -苯乙醇醋酸酯·····	193
11. 苯乙酸乙酯·····	194
12. 肉桂酸甲酯·····	195
13. 肉桂酸乙酯·····	195
14. 肉桂醇醋酸酯·····	196
15. 松油醇醋酸酯·····	196
16. 醋酸 <i>l</i> -萜酯·····	197
17. 桂醛酯 (4-甲氧基桂酸-2-乙氧基乙酯)·····	198
E. 其他·····	198
1. 丁子香酚·····	198
2. 异丁子香酚·····	199

3. 香兰素·····	200
4. 乙基香兰素·····	200
5. 香豆素·····	201
6. 愈创萘·····	201
(二) 抗菌防腐剂·····	202
1. 对羟基苯甲酸甲酯·····	202
2. 对羟基苯甲酸乙酯·····	203
3. 对羟基苯甲酸丙酯·····	204
4. 对羟基苯甲酸异丙酯·····	204
5. 对羟基苯甲酸丁酯·····	205
6. 对羟基苯甲酸异丁酯·····	206
7. 对氨基苯甲酸乙酯·····	207
8. 山梨酸·····	208
9. 山梨酸钾·····	208
10. 苯甲酸·····	209
11. 苯甲酸钠·····	210
12. 水杨酸·····	211
13. 水杨酸钠·····	212
14. 脱氢乙酸·····	213
15. 脱氢乙酸钠·····	213
16. 十一烯酸·····	214
17. 十一烯酸锌·····	215
18. 十一烯酸乙醇酰胺·····	216
19. 三氯二苯脲·····	217
20. 卤二苯脲 (3-三氟甲基-4,4'-二氯二苯脲)·····	218
21. 葡萄糖酸氯己定溶液·····	218
22. 对氯苯酚·····	219
23. 氯甲酚·····	220
24. 氯二甲基苯酚·····	221
25. 甘油基对氯苯醚[3-(4-氯苯氧基)丙烷-1,2-二醇]·····	221
26. 邻苯基苯酚·····	222
27. 六氯酚·····	223
28. 丝柏酚·····	224
29. 氯胺-T (甲苯磺酰胺钠)·····	225
30. 硼砂·····	225
31. 噻嗯素·····	226
32. 秋兰姆 (四甲基秋兰姆二硫化物)·····	226
(三) 营养性添加剂·····	227

A. 氨基酸类	227
1. 甘氨酸	227
2. L-丙氨酸	228
3. DL-丙氨酸	228
4. L-丝氨酸	229
5. DL-丝氨酸	230
6. L-苏氨酸	230
7. L-天冬氨酸	231
8. L-天冬氨酸钠	232
9. L-蛋氨酸	233
10. L-精氨酸	234
11. L-胱氨酸	234
12. 赖氨酸盐酸盐	235
B. 维生素类	236
1. 维生素A油	236
2. 视黄醇醋酸酯 (维生素A醋酸酯)	237
3. 视黄醇棕榈酸酯 (维生素A棕榈酸酯)	237
4. 盐酸吡哆醇 (维生素B ₆)	238
5. 吡哆醇二辛酸酯 (维生素B ₆ 二辛酸酯)	239
6. 吡哆醇二棕榈酸酯 (维生素B ₆ 二棕榈酸酯)	240
7. 抗坏血酸 (维生素C)	241
8. 异抗坏血酸	242
9. 抗坏血酸钠	243
10. 抗坏血酸基棕榈酸酯 (维生素C棕榈酸酯)	244
11. 抗坏血酸基二棕榈酸酯 (维生素C二棕榈酸酯)	244
12. 抗坏血酸基硬脂酸酯 (维生素C硬脂酸酯)	245
13. 麦角钙化醇 (维生素D ₂)	246
14. dl- α -生育酚 (维生素E)	247
15. dl- α -生育酚醋酸酯 (维生素E醋酸酯)	248
16. D-泛醇	249
17. 泛酸钙	250
18. 肌醇	251
19. 生物素	252
C. 激素类	253
1. 雌二醇	253
2. 乙炔基雌二醇	254
3. 雌酮	255
D. 酶类	255

1. 含糖胃蛋白酶	255
2. 氯化溶菌酶	256
3. 胰酶	257
E. 特殊添加剂	259
1. 酪蛋白	259
2. 胆甾醇硬脂酸酯	260
3. 胆固醇	261
4. 二氢胆固醇	262
5. 植物甾醇	263
6. 蛋黄油	263
7. 角鲨烷	264
8. 大豆磷脂	264
9. 尿囊素	266
10. 甘草提取物	266
11. 硫酸软骨素钠	267
12. 烷基二氨基乙基甘氨酸氯化氢溶液	268
(四) 颜料和色素	269
A. 颜料	269
1. 铝粉	269
2. 氧化铬	269
3. 水合氧化铬	270
4. 氧氯化铋	271
5. 二氧化锆	271
6. 二氧化钛	273
7. 氧化铁黄	274
8. 三氧化二铁 (氧化铁红)	274
9. 氧化铁黑	275
10. 铁蓝	275
11. 群青	276
12. 黄赭石	276
13. 卡拉明	277
14. 含钛云母	278
B. 色素	279
1. 炭黑	279
2. 感光素 101 号	279
3. 感光素 201 号	281
4. 感光素 301 号	281
5. 感光素 401 号	282

6. β -胡萝卜素	283
7. 铜叶绿素钠	284
(五) 收敛剂	284
1. 氯化锌	284
2. 硫酸锌	285
3. 对羟基苯磺酸锌	286
4. 氯化铝	287
5. 氯化羟铝	287
6. 二羟基尿囊素铝	288
7. 氯羟基尿囊素铝	288
8. 硫酸铝钾 (明矾)	289
9. 干燥硫酸铝钾 (烧明矾)	290
(六) 防晒剂	290
1. 尿刊酸	290
2. 尿刊酸乙酯	291
3. 水杨酸苯酯	292
4. 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮 (UV-9)	293
5. 2-(2-羟基-5-甲基苯基)苯并三唑	294
(七) 溶剂类	295
1. 丙酮	295
2. 甲基乙基酮	296
3. 甲基异丁基酮	296
4. 乙醇	297
5. 无水乙醇	297
6. 异丙醇	298
7. 丁醇	298
8. 环己烷	299
9. 醋酸乙酯	299
10. 醋酸丁酯	300
11. 乙二醇单丁醚	300
12. 甲苯	301
13. 二甲苯	302
14. 邻苯二甲酸二乙酯	302
(八) 染发用原料	303
1. 间苯二酚	303
2. 无水亚硫酸钠	304
3. 亚硫酸氢钠	305
4. 焦亚硫酸钠	305

5. 过硼酸钠	306
6. 乙二胺四乙酸二钠	307
7. 乙二胺四乙酸四钠二水盐	307
8. 乙二胺四乙酸四钠四水盐	308
(九) 抗氧剂	309
1. 倍酸丙酯	309
2. 乙二胺四乙酸三钠	309
3. 丁基羟基茴香醚	310
4. γ -米谷酚	311
(十) 皮肤和毛根刺激剂	312
1. 烟酸苄酯	312
2. 姜酊	313
3. 辣椒酊	313
4. 斑蝥酊	314
(十一) 酸、碱及盐	314
1. 盐酸	314
2. 氯化钾	315
3. 氯化钠	316
4. 氯化铁	317
5. 氯己定盐酸盐	317
6. 二苯基胍胺盐酸盐	318
7. 冰醋酸	319
8. 醋酸钙	320
9. 磷酸	320
10. 磷酸氢钙	321
11. 牙膏用磷酸氢钙	322
12. 磷酸二氢钾	322
13. 磷酸氢二钠	323
14. 磷酸二氢钠	324
15. 磷酸三钠	325
16. 无水磷酸三钠	325
17. 偏磷酸钠	326
18. 多聚磷酸钠	326
19. 焦磷酸钠	327
20. 无水焦磷酸钠	328
21. 乳酸	329
22. 乳酸钠溶液	330
23. 酒石酸	330

24. 琥珀酸	331
25. 琥珀酸二钠	332
26. 柠檬酸	332
27. 无水柠檬酸	333
28. 柠檬酸钠	334
29. 草酸钠	335
30. 溴酸钾	335
31. 溴酸钠	336
32. 硫酸钠	336
33. 硫酸钡	337
34. 硫酸镁	338
35. 硫代硫酸钠	338
36. 6-氨基己酸	339
37. 甘草酸	340
38. 甘草酸一铵	341
39. 甘草酸二钾	342
40. β -甘草亭酸	343
41. 氢氧化钾	344
42. 氢氧化钠	344
43. 氢氧化钙 (消石灰)	345
44. 浓氨水	346
45. 碳酸钠	346
46. 碳酸氢钠	347
47. 二乙醇胺	348
48. 三乙醇胺	348
49. 三异丙醇胺	349
50. β -月桂基氨基丙酸钠	349
(十二) 其他辅助原料	350
1. 精制水	350
2. 葡萄糖	351
3. 蔗糖	352
4. 乳糖	353
5. 糖精	354
6. 糖精钠	355
7. 脱脂乳粉	357
8. <i>d</i> -樟脑	357
9. <i>dl</i> -樟脑 (合成樟脑)	358
10. 硫	358

11. 鱼石脂	359
12. 液化石油气	360
13. 尿素	361
14. 松香	361
15. 苯酚 (石炭酸)	362
16. 甲酚	362
17. 异丙基甲酚	363
18. 二丁基对甲酚	364
19. 百里酚	365
20. 氯代丁醇	365
21. 烟酰胺	366
22. 聚乙烯粉	367
23. 二氯二氟甲烷 (氟利昂 12)	368
24. 二氯四氟乙烷 (氟利昂 14)	368
25. 三氯一氟甲烷 (氟利昂 11)	369
26. 甲基聚硅氧烷	369
27. 甲基苯基聚硅氧烷	370
28. 2-氨基-2-甲基-1-丙醇	370
29. 2-氨基-2-甲基-1, 3-丙二醇	371
30. 乙酰基泛酸乙醚	372
31. 己酸二异丙酯	373
32. (辛酸/癸酸) 甘油三酯	373
33. 己基癸基二甲基辛酯	374
34. 甲基苯基缩水甘油酸乙酯	375
35. 甘油基甘草亭酸酯	376
36. 甘草亭基硬脂酸酯	377
37. 硬脂基甘草亭酸酯	378
38. 天然胶乳	379
39. 酯胶	381
七、要求特殊说明的化妆品原料	383
(一) 需要表示成分的 98 种化妆品原料	383
(二) 必须注明使用期的化妆品原料	384

第二部分 一般试验方法

1. 氮试验法	387
2. 阴离子表面活性剂定量法	388
3. 液化气试验法	389
4. 酯价测定法	395

5. 氯化物试验法	395
6. 气相色谱法	396
7. 干燥减量试验法	397
8. 凝固点测定法	397
9. 灼烧减量试验法	398
10. 灼烧残留分试验法	398
11. 折光指数测定法	399
12. 浊点测定法	399
13. 皂化价测定法	400
14. 香料试验法	400
15. 酸价测定法	403
16. 酸可溶物试验法	403
17. 氧烧瓶燃烧法	403
18. 酸不溶物试验法	405
19. 重金属试验法	405
20. 蒸发残留物试验法	406
21. 羟价测定法	407
22. 水分定量法	407
23. 红外吸收光谱测定法	408
24. 旋光度测定法	409
25. 氮定量法	410
26. 定性反应	412
27. 铁试验法	417
28. 铅试验法	417
29. 软化点测定法	417
30. 粘度测定法	419
31. 薄层色谱法	421
32. 相对密度测定法	421
33. 砷试验法	423
34. 维生素 A 定量法	427
35. 比容测定法	428
36. 不皂化物测定法	429
37. 氟试验法	430
38. 沸点测定法和蒸馏试验法	431
39. pH 测定法	433
40. 水可溶物试验法	435
41. 甲醇和丙酮试验法	435
42. 甲氧基定量法	435

43. 熔点测定法	437
44. 碘价测定法	439
45. 硫酸盐试验法	439
46. 硫酸呈色物试验法	440
47. 滤纸色谱法	440

第三部分 溶液及计量用器

(一) 比色液	445
(二) 试剂·试液	446
(三) 容量分析用标准溶液	488
(四) 标准溶液	505
(五) 计量器·用器	507

第四部分 化妆品原料名称和特种试药中英文对照

(一) 化妆品原料名称中英文对照	513
(二) 化妆品原料试验用特种试药中英文对照	530

附 录

GB 5296.3—87 消费品使用说明 日用化妆品使用说明	539
GB 7916—87 化妆品卫生标准	542
GB 7917.1—87 化妆品卫生化学标准检验方法 汞	576
GB 7917.2—87 化妆品卫生化学标准检验方法 砷	580
GB 7917.3—87 化妆品卫生化学标准检验方法 铅	586
GB 7917.4—87 化妆品卫生化学标准检验方法 甲醇	592
GB 7918.1—87 化妆品微生物标准检验方法 总则	595
GB 7918.2—87 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定	598
GB 7918.3—87 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群	601
GB 7918.4—87 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌	605
GB 7918.5—87 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌	609
GB 7919—87 化妆品安全性评价程序和方法	613
GB 11428—89 头发用冷烫液	647
GB 11429—89 发乳	652
GB 11430—89 唇膏	658
GB 11431—89 润肤乳液	663
GB 11432—89 洗发液	669
GB/T 13531.1—92 化妆品通用试验方法 pH值的测定	678
GB/T 13531.2—92 化妆品通用试验方法 色泽三刺激值和色差 ΔE^* 的测定	680
ZBY 42003—89 护发素	684

ZBY 42004—89	化妆粉饼	691
ZBY 42005—89	染发水、染发粉	696
ZBY 42006—89	染发乳液	701
ZBY 42007—89	指甲油	706
QB 1643—92	发用摩丝	711
QB 1644—92	定型发胶	715
QB/T 1645—92	洗面奶	719
QB/T 1684—93	化妆品检验规则	723
QB/T 1685—93	化妆品产品包装外观要求	727
QB/T 1857—93	雪花膏	730
QB/T 1858—93	香水、花露水	733
QB/T 1859—93	香粉、爽身粉、痱子粉	737
QB/T 1860—93	洗发膏	740

第 一 部 分

化妆品原料品种技术标准



一、化妆品用油性原料

(一) 油 脂 类

1. 椰 子 油

Coconut Oil

本品为椰子树 [*Cocos nucifera* Linne (*Palmae*)] 除去种皮后的种子压榨所得的脂肪油。

性 状	本品为无色~淡黄色油液, 或为白色~淡黄色固体, 稍有特异气味, 味缓和。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.912~0.922 (第1法)。
折光指数	n_D^{40} : 1.447~1.450。
熔 点	20~28° (第2法)。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 30 g)。
皂 化 价	246~264。
碘 价	7~11。
纯度试验	乙醚不溶物, 本品 1.0 g 溶于 10 ml 乙醚, 溶后几乎澄明。

2. 棉 籽 油

Cottonseed Oil

本品为棉 [*Gossypium hirsutum* Linne (*Malvaceae*)] 或其同属植物种子中取得的脂肪油。

性 状	本品为无色~淡黄色透明液体, 几乎无气味, 味缓和。
确认试验	在试验管中, 取本品 1 ml, 加入硫的二硫化碳溶液 (1→100) 和戊醇的等容混合液 5 ml, 小心加热使二硫化碳挥发, 将试验管长度的 1/3 浸于 110~115° 的浴中加热时, 液体呈红色。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.917~0.923 (第1法)。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 10 g)。
皂 化 价	190~197。
碘 价	102~120。
不皂化物	1.5% 以下。

3. 貂 油

Mink Oil

本品为貂[*Mustela vison* (*Mustelidae*)]皮下脂肪组织中取得的脂肪油经精制而得。

性 状	本品为淡黄色透明油液，稍有特异的气味。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.900~0.925 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.467~1.472。
酸 价	1.0 以下 (第1法, 5 g)。
皂 化 价	190~210。
碘 价	75~90。
不皂化物	1.0% 以下。
纯度试验	(1) 液性 本品 2 g 加水 10 ml, 在水浴上加热后, 强烈振荡混合时, 分离的水层呈中性。 (2) 重金属 本品 2.0 g 加稀盐酸 5 ml 和水 10 ml, 在水浴上加热并屡屡摇动混合 5 分钟, 冷却后过滤。滤液加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液至液体呈微弱红色为止, 然后加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml 作为试验溶液。用第 4 法进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

4. 蓖 麻 油

Castor Oil

本品为蓖麻 [*Ricinus communis* Linné (*Euphorbiaceae*)] 种子压榨所得的脂肪油。

性 状	本品为无色~淡黄色透明粘性油液，稍有特异的气味，味开始时缓和，后来稍有辣味。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.955~0.967。
折光指数	n_D^{20} : 1.477~1.480。
酸 价	3 以下 (第1法, 3 g)。
皂 化 价	176~187。
碘 价	80~90。
羟 价	150 以上。
纯度试验	掺假油 本品 1.0 g 加乙醇 4.0 ml 时, 能澄明地溶解, 追加 15 ml 乙醇时, 液体不混浊。

5. 桃 仁 油

Persic Oil

本品为杏子(*Prunus armeniaca* Linné)、桃子(*Prunus persica* Batch)及其变种的核仁中取得的脂肪油。

性 状	本品为无色~淡黄色透明油液，几乎没有气味，或稍有特异的气味，味缓和。
确认试验	本品 2 ml 加发烟硝酸和水的等容混合液 2 ml，强烈摇荡混合时，液体呈橙黄色。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.910~0.918 (第 1 法)。
酸 价	3 以下 (第 1 法, 5 g)。
碘 价	95~108。
皂 化 价	188~200。
不皂化物	1.55 以下。
纯度试验	适用山茶油的纯度试验。

6. 山 茶 油

Tsubaki Oil

本品为山茶[*Camellia japonica* Linné (*Theaceae*)]除去种皮后的种子中取得的脂肪油。

性 状	本品为无色~微黄色透明油液，几乎没有气味，味缓和。
确认试验	在本品 2 ml 上，加由发烟硝酸、硫酸和水组成的等容量混合液 10 ml 进行层积，在其层积界面，出现蓝绿色。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.910~0.915 (第 1 法)。
酸 价	5 以下 (第 1 法, 5 g)。
皂 化 价	189~194。
碘 价	78~83。
不皂化物	1% 以下。
纯度试验	(1) 麻油 本品 10 ml 加盐酸 10 ml，摇动混合。加糠醛试液 0.1 ml，强烈摇荡混合 10 分钟后放置，两液分层时，其酸层不呈红色。有时酸层虽有着色，但加水 10 ml 后再强烈摇荡混合时，其红色消失。 (2) 棉籽油 取本品 5 ml 于试验管中，加硫的二硫化碳溶液 (1→100) 和戊醇的等容积混合液 5 ml，小心加温使二硫化碳挥发。将试验管长度的 1/3 浸于 110~115° 的浴中加热时，2 小时以内不呈红色。

7. 大 豆 油

Soybean Oil

本品为从大豆[*Glycine max* Merrill (*Leguminosae*)]种子中取得的脂肪油。

性 状	本品为淡黄色油液，稍有特异的气味，味缓和。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.919~0.925 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.473~1.477。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 10 g)。
皂 化 价	188~195。
碘 价	123~142。
不皂化物	1%以下。

8. 红 花 油

Safflower Oil

本品为红花[*Carthamus tinctorius* Linné (*Compositae*)]种子中取得的脂肪油。

性 状	本品为淡黄色油液，稍有特异的气味，味缓和。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.922~0.927 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.473~1.477。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 10 g)。
皂 化 价	186~194。
碘 价	140~150。
不皂化物	1%以下。
纯度试验	乙醚不溶物 本品 1.0 g 加乙醚 10 ml 溶解时，液体澄明。

9. 芝 麻 油

Sesame Oil

本品为从芝麻[*Sesamum indicum* Linné (*Pedaliaceae*)]的种子中取得的脂肪油。

性 状	本品为淡黄色油液，无气味或稍有特异的气味，味缓和。
确认试验	取本品 1 ml 加盐酸 10 ml，摇动混合，加糠醛试液 0.1 ml，强烈振荡混合 15 秒钟后放置，当两液分离时，其酸层呈红色。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.915~0.922 (第1法)。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 10 g)。

皂化价 187~194。
 碘价 103~116。
 不皂化物 1.5%以下。
 纯度试验 棉籽油 在试验管中取本品 5 ml，加硫的二硫化碳溶液 (1→100) 和戊醇的等容混合液 5 ml，小心加温，使二硫化碳挥发，将试验管长度的 1/3 浸于 110~115° 的浴液中加热，在 2 小时之内不呈红色。

10. 鳄梨油

Avocado Oil

本品是由鳄梨树 [*Persea gratissima* Gaertn (*Lauraceae*)] 的果实得到的脂肪油。

性状 本品为淡黄色~暗绿色透明的液体油，稍有特殊的气味。
 相对密度 d_{20}^{20} : 0.905~0.923 (第 1 法)。
 折光率 n_D^{20} : 1.460~1.474。
 酸价 5 以下 (第 1 法, 5 g)。
 皂化价 180~200。
 碘价 65~110。
 不皂化物 4% 以下。
 纯度试验 棉籽油 取 5 ml 本品于试管中，加硫磺-二硫化碳溶液 (1→100) 及戊醇的等容量混合液 5 ml，边加热边注意使二硫化碳挥发，将试管长度的 1/3 插入 110~115° 油浴中加热，2 小时之内不显红色。

11. 杏仁油

Almond Oil

本品系 *Prunus amygdalus* Batsch (*Rosaceae*) 的变种，是从甜扁桃仁中得到的脂肪油。

性状 本品为无色~淡黄色透明的液体油，几乎没有气味，味缓和。
 相对密度 d_{20}^{20} : 0.911~0.918 (第 1 法)。
 酸价 5 以下 (第 1 法, 5 g)。
 皂化价 188~200。
 碘价 92~105。
 不皂化物 1.5% 以下。
 纯度试验 (1) 芝麻油 在 10 ml 本品中，加盐酸 10 ml 振荡混合，加糠醛试液 0.1 ml，剧烈振摇 15 秒钟后放置，两相分离后其酸层不得显红色。即使酸层着色，加 10 ml 水再剧烈振荡时，其红色即行消失。
 (2) 棉籽油 量取 5 ml 本品于试管中，加硫磺-二硫化碳溶液 (1→100) 及

- 戊醇的等容量混合液 5 ml, 小心加热使二硫化碳挥发, 再将试管长度的 1/3 放入 110~115°的油浴中加热, 2 小时之内溶液不得显红色。

12. 橄 榄 油

Olive Oil

本品为橄榄树 [*Olea europaea* Linné (*Oleaceae*)] 的果实经压榨而得到的脂肪油。

- 性 状** 本品为淡黄色~淡绿黄色透明的液体油, 稍有特殊的气味, 味缓和。
- 相对密度** d_{4}^{20} : 0.910~0.916 (第 1 法)。
- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 10 g)。
- 皂 化 价** 186~194。
- 碘 价** 79~88。
- 不皂化物** 1.5% 以下。
- 纯度试验** (1) 芝麻油 在 10 ml 本品中加盐酸 10 ml 充分摇匀, 加糠醛试液 0.1 ml, 剧烈振荡 15 秒钟, 两相分离时其酸层不呈红色。即使酸层着色, 加 10 ml 水再剧烈振荡时, 其红色消失。
- (2) 棉籽油 取 5 ml 本品于试管中, 加硫-二硫化碳溶液 (1→100) 及戊醇等容量混合液 5 ml, 边小心加热边使二硫化碳挥发, 然后将试管长度的 1/3 放入 110~115°的溶液中加热, 2 小时之内不呈红色。

13. 硬 化 油

Hydrogenated Oil

本品为鱼油、鲸油或其它动物性或植物性脂肪油经加氢所得的脂肪油。

- 性 状** 本品为白色块状物, 有特异气味, 味缓和。
- 酸 价** 2 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** (1) 水分和着色度 将本品 5 g 在水浴上加热融化时, 液体澄明, 没有水分分离。此外, 此液 10 mm 层观察时, 为无色~微黄色。
- (2) 碱 本品 2.0 g 加水 10 ml, 在水浴上加热后, 强烈振荡混合, 冷后, 将水层分离, 滴入酚酞试液 1 滴时, 液体的颜色不变。
- (3) 氯化物 本品 1.5 g 加乙醇 30 ml, 装上回流冷凝器煮沸 10 分钟。冷后过滤, 以滤液作为试验溶液。取试验溶液 20 ml, 加硝酸银乙醇溶液 (1→50) 5 滴时, 液体产生混浊, 其混浊度不比下述的比较液高。
- 比较液: 0.01 N 盐酸 1.0 ml 加乙醇至 20 ml, 加硝酸银乙醇溶液 (1→50) 5 滴。
- (4) 硫酸盐 本品 1.0 g 加水 20 ml, 在水浴上加温溶化后, 激烈振荡 1 分钟, 冷后过滤, 取滤液 5 ml, 加氯化钡试液 3 滴时, 液体无变化。

(5) 重金属 取本品 2.0 g, 加稀盐酸 5 ml 和水 10 ml, 在水浴上屡屡摇荡加热 5 分钟, 冷后过滤。取滤液 5 ml, 加氨水试液至微碱性, 加硫化钠试液 3 滴时, 液体无变化。

(6) 镍 取本品 5 g 加盐酸 5 ml, 在水浴上屡屡强力搅拌加热 30 分钟。冷后, 用润湿过的滤纸过滤, 将滤液蒸发至干涸。残留物加稀盐酸 5 ml 使溶解。加氨水试液至呈碱性, 加二氧化铅 50 mg, 氢氧化钠试液 1 滴和丁二酮肟试液 1 ml 时, 液体不呈红色。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 5 g)。

14. 可可脂

Cacao Butter

本品是从可可树 [*Theobroma cacao* Linne (*Sterculiaceae*)] 的种子得到的脂肪。

性状 本品为淡黄色坚而脆的块状物, 略带巧克力的气味, 味缓和。
熔点 31~35° (第 2 法), 但不溶解试料, 而是将试料填装进毛细管约 10 mm 高, 附着在温度计上进行测定。
酸价 3 以下 (第 1 法, 5 g)。
皂化价 188~195。
碘价 35~43。
纯度试验 蜡、硬脂酸或牛脂 在 1.0 g 本品中加乙醚 30 ml, 在 17° 下加温溶解时, 溶液澄清透明。而将该液用冰水冷却时, 3 分钟之内不出现混浊或析出白色薄片; 析出的试料成白色凝固后, 将温度上升到 15° 溶解, 此时溶液透明。

15. 羊毛脂

Anhydrous Lanolin

本品为从绵羊 [*Ovis aries* Linne (*Bovidae*)] 的毛中取得的脂肪样物质, 经精制而得。

性状 本品为淡黄色~微黄褐色、强粘性的软膏样物质。无败油性但有微弱的特异气味。
确认试验 本品的氯仿溶液 (1→50) 5 ml, 加醋酐 1 ml 和碘酸 2 滴时, 液体呈绿色。
熔点 37~43° (第 3 法)。
酸价 1.0 以下 (第 1 法, 5 g)。
碘价 18~36 (0.8 g)。四氯化碳和一氯化碘试液, 分别用氯仿和一溴化碘试液代用。
纯度试验 (1) 液性 本品 5 g 加水 25 ml, 煮沸 10 分钟, 冷后, 加水至原来的重量, 分取其水层, 该水层呈中性。

(2) 氯化物 本品 2.0 g 加水 40 ml, 煮沸 10 分钟, 冷后加水至原来的重量, 过滤, 取滤液 2 ml 置于纳氏 (Nessler) 管中, 进行试验时, 其限度在 0.036% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 1.0 ml。

(3) 氮 取 (1) 的水层 10 ml, 加氢氧化钠试液 1 ml, 煮沸时, 发生的气体, 对润湿的红色石蕊试纸不变为蓝色。

(4) 水溶性有机物 取 (1) 的水层 5 ml, 加 0.01 N 高锰酸钾液 0.5 ml, 放置 10 分钟, 溶液的红色不消失。

(5) 凡士林 本品 1.0 g 加四氢呋喃和甲苯的等容混合液 10 ml 溶解, 取此液 50 μ l 在薄层板上作斑点, 以用水饱和过的四氯化碳作为展开用溶媒, 进行薄层色谱试验, 将薄层板风干, 用稀释硫酸 (1 \rightarrow 2) 喷雾后, 在 80 $^{\circ}$ 加热 5 分钟, 冷后在波长约 366 nm 的紫外线下观察时, 在溶媒先端附近, 没有认出发荧光的斑点。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$, 2 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

16. 硬质羊毛脂

Hard Lanolin

本品为从羊毛脂中取得的蜡状物质, 主要是酯类的混合物。

性状 本品为淡黄褐色蜡状物质, 有羊毛脂样的气味。

确认试验 适用羊毛脂的确认试验。

熔点 43 \sim 55 $^{\circ}$ (第 2 法)。

酸价 3.0 以下 (第 1 法, 5 g)。

碘价 18 \sim 36 (0.8 g)。四氯化碳和一氯化碘试液分别用氯仿和一溴化碘代替。

纯度试验 适用羊毛脂的纯度试验 (1)、(2)、(3)、(4) 和 (5)。

干燥减量 0.30% 以下 (5 g, 105 $^{\circ}$, 1 小时)。

灼烧残分 0.30% 以下 (第 3 法, 3 g)。

17. 液状羊毛脂

Liquid Lanolin

本品为从羊毛脂中取得的液状物质, 主要是酯类混合物。

性状 本品为淡黄褐色粘性液体, 有羊毛脂样气味。

确认试验 适用羊毛脂的确认试验。

油点 10 \sim 20 $^{\circ}$ 。

酸价 3.0 以下 (第 1 法, 5 g)。

碘价 20 \sim 40 (0.8 g)。四氯化碳和一氯化碘试液, 分别用氯仿和一溴化碘试液代替。

- 纯度试验** (1) 液性 适用羊毛脂的纯度试验 (1)。
 (2) 氯化物 适用羊毛脂的纯度试验 (2)。
 (3) 氨 适用羊毛脂的纯度试验 (3)。
 (4) 水溶性有机物 适用羊毛脂的纯度试验 (4)。
 (5) 凡士林 适用羊毛脂的纯度试验 (5)。
- 干燥减量** 0.5%以下 (1 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 0.3%以下 (第 2 法, 1 g)。

(二) 蜡 类

1. 巴西棕榈蜡

Carnauba Wax

本品是由巴西棕榈的叶及叶柄得到的蜡质经精制后的产物。

- 性 状** 本品为淡黄色~淡褐色坚而脆的块状物, 稍有特殊的气味, 几乎没有味道。
- 熔 点** 80~86°(第 2 法)。
- 酸 价** 10 以下 (第 1 法, 3 g)。溶剂是用二甲苯 30 ml 及乙醇 50 ml 并趁热滴定。
- 皂 化 价** 78~95。加 0.5 N 氢氧化钾液后, 加苯 20 ml。
- 碘 价** 5~14。用四氯化碳配成 30 ml。
- 纯度试验** 四氯化碳不溶物 精确称取本品约 5 g, 加四氯化碳 200 ml, 在水浴上加热溶解, 用已知重量的干燥滤纸过滤, 残留物用 30 ml 热的四氯化碳洗涤, 在 105°下干燥 1 小时, 用玻璃干燥器 (硅胶) 放置冷却后, 马上称重。其允许范围在 0.5%以下。
- 灼烧残分** 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

2. 小 烛 树 蜡

Candelilla Wax

本品为小烛树属 (*Euphorbiaceae*) 的 *Euphorbia cerifera* Alcocer, *Euphorbia antisyphilitica* Zuccarini 等的茎部取得的蜡, 经精制而成。

- 性 状** 本品为黄褐色至褐黄色块状物, 稍有树脂样气味, 几乎没有味道。
- 熔 点** 68~72° (第 2 法)。
- 酸 价** 14~24 (第 1 法, 3 g)。使用的溶媒为二甲苯 30 ml 和乙醇 50 ml, 在温时进行滴定。
- 皂 化 价** 46~65。加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液后, 加苯 20 ml。
- 碘 价** 10~22。用四氯化碳配成 30 ml。
- 纯度试验** 四氯化碳不溶物 精确称取本品 5 g, 加四氯化碳 200 ml, 在水浴上加热溶

解，用已知重量滤纸过滤。残留物用热四氯化碳 90 ml 洗涤，在 105°干燥 1 小时，置干燥器（硅胶）中放冷后称量，其限度在 0.5% 以下。

灼烧残分 0.3% 以下（第 1 法，1 g）。

3. 野 漆 树 蜡

Japan Wax

本品为野漆树 [*Rhus succedanea* Linne (*Anacardiaceae*)] 果皮中取得的脂肪经漂白后制得。

性 状 本品为白色~微黄白色块状物，有特异气味和味道。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.96~1.00（第 3 法）。

熔 点 50~53.5°（第 2 法）。

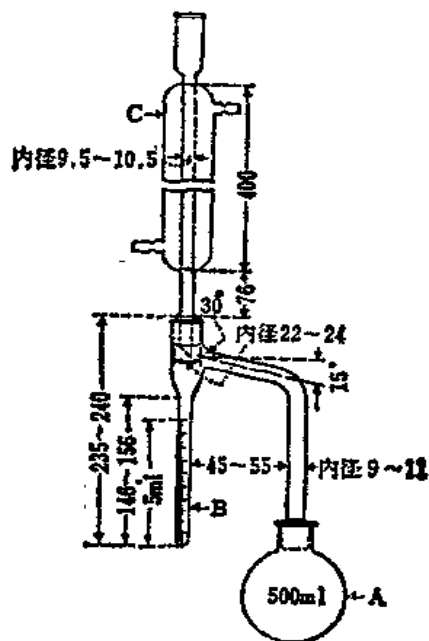
酸 价 30 以下（第 1 法，5 g）。

皂 化 价 205~225。

碘 价 5~8。

不皂化价 1.0% 以下。

纯度试验 水分 采用图示的装置。将本品 100 g 置于 500 ml 蒸馏烧瓶 A 中，加二甲苯 100 ml 和沸沸石 2~3 个，装上有刻度的受器 B 和冷却器 C，开始加热时二甲苯每秒滴下 2~3 滴，当 B 中分出的水量几乎不增加时，增强加热，使每秒滴下二甲苯 4 滴。调节加热。当馏液透明时，停止加热，放冷后，从 C 的上端加少量二甲苯，使 B 内的水滴洗入。放置片刻后，测量水的容量时，其量在 0.8 ml 以下。



（数字以mm表示）

4. 蜂 蜡

Beeswax

本品为从东亚蜜蜂 [*Apis indica* Radoszkowski (*Apidae*)]、欧洲蜜蜂 [*Apis mellifera* Linne] 等蜂巢取得的蜡，经精制而得。

性 状 本品为淡黄色~带褐黄色的块状物，无败油性气味而稍有特异的气味，几乎无味。

熔 点 60~67°（第 2 法）。

酸 价 5~9, 17~22（第 1 法，3 g）。溶媒使用二甲苯 30 ml 和乙醇 50 ml，在温时滴定。

皂 化 价 80~100。

纯度试验 水分 本品在 70° 溶解时，澄明而无水滴。
灼烧残分 0.10% 以下（第 1 法，2 g）。

5. 漂 白 蜂 蜡 Bleached Beeswax

本品为蜂蜡的漂白精制品。

性 状 本品为白色块状物，稍有特异的气味，几乎无味。
相对密度 d_{4}^{20} : 0.95~0.97（第 3 法）。
熔 点 60~67°（第 2 法）。
酸 价 5~9, 17~22（第 1 法，3 g）。溶媒为二甲苯 30 ml 和乙醇 50 ml，在温时滴定。
皂化价 80~100。
碘 价 5~15。
纯度试验 水分 适用蜂蜡的纯度试验。
灼烧残分 0.05% 以下（第 1 法，5 g）。

6. 鲸 蜡 Spermaceti

本品为抹香鲸 [*Physeter macrocephalus* Linne (*Physeteridae*)] 头部的蜡质经精制而得的蜡。

性 状 本品为滑溜而有珍珠光泽的白色半透明固体，碎面呈纤维性结晶状，无败油性气味，略有特异气味和味道。
熔 点 42~50°（第 2 法）。
酸 价 1 以下（第 1 法，5 g）。
皂化价 118~135。
碘 价 5 以下。
纯度试验 (1) 石蜡 本品 1.0 g 溶于四氢呋喃和甲苯的等容混合液 10 ml 中，将此液 50 μ l 在薄层板上作点滴，以用水饱和过的四氯化碳作为展开溶媒，进行薄层色谱法试验。用稀释硫酸（1→2）在薄层板上喷雾后，在 80° 加热 5 分钟。冷后，在波长约 366 nm 的紫外线下观察时，看不到在溶媒先端附近有发荧光的斑点。
(2) 液性 本品 1.0 g 加乙醇 50 ml，加热后溶解的液体，呈中性或稍有酸性。

(三) 脂肪醇类

1. 月 桂 醇

Lauryl Alcohol



$\text{C}_{12}\text{H}_{26}\text{O}$; 186.34

本品为高级脂肪醇的混合物，其主要成分为月桂醇($\text{C}_{12}\text{H}_{26}\text{O}$)。

性 状	本品为无色透明液体或白色固体。有特异气味。
熔 点	23~31° (第2法)。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 10 g)。
皂化价	2 以下 (10 g)。
碘 价	1.0 以下。
羟 价	270~305 (0.5 g)。
纯度试验	溶状 适用油醇的纯度试验 (1)。
灼烧残分	0.10% 以下 (第1法, 5 g)。

2. 辛基十二醇

2-Octyldodecanol

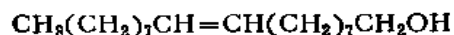
$\text{C}_{20}\text{H}_{42}\text{O}$; 298.55

本品主要由2分子的癸醇缩合物($\text{C}_{20}\text{H}_{42}\text{O}$)组成。

性 状	本品为无色~淡黄色透明的液体，几乎没有气味。
相对密度	d_{20}^{20} : 0.830~0.850 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.452~1.457。
酸 价	1 以下 (第1法, 5 g)。
酯 价	5 以下 (第1法)。
碘 价	10 以下。
羟 价	165~185。
冷冻试验	本品在-20°时不产生混浊。但试验要按浊点测定法进行。
灼烧残分	0.10% 以下 (第2法, 5 g)。

3. 油 醇

Oleic Alcohol



$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}$, 268.48

本品为高级脂肪醇的混合物，主要由油醇($\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}$)组成。

性 状	本品为无色~淡黄色透明的液体，稍有特殊的气味。
油 点	6.0° 以下。
酸 价	0.5 以下 (第 1 法, 10 g)。
皂 化 价	2 以下 (10 g)。
羟 价	200~220 (0.7 g)。
碘 价	80~94。
纯度试验	(1) 溶状 在 3.0 g 本品中加无水乙醇 25 ml, 温热溶解时溶液澄清透明。 (2) 碱 在 (1) 的溶液中加入酚酞试液 2 滴, 此时溶液不现红色。
灼烧残分	0.10% 以下 (第 1 法, 5 g)。

4. 硬 脂 醇

Stearyl Alcohol



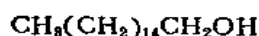
$\text{C}_{18}\text{H}_{38}\text{O}$, 270.50

本品为高级脂肪醇的混合物，主要成分为硬脂醇($\text{C}_{18}\text{H}_{38}\text{O}$)。

性 状	本品为白色薄片，粒状或块状物质，有微弱特异的气味。
熔 点	54~61° (第 2 法)。
酸 价	0.5 以下 (第 1 法, 10 g)。
皂 化 价	2 以下 (10 g)。
碘 价	3 以下。
羟 价	200~220 (0.7 g)。
纯度试验	适用油醇的纯度试验。
灼烧残分	0.10% 以下 (第 1 法, 5 g)。

5. 鲸 蜡 醇

Cetanol



$\text{C}_{16}\text{H}_{34}\text{O}$, 242.45

本品为高级脂肪醇的混合物，主要成分为十六醇($\text{C}_{16}\text{H}_{34}\text{O}$)。

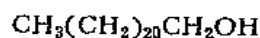
性 状 本品为白色薄片、粒状或块状物，稍有特异的气味。
熔 点 46~55° (第2法)。
酸 价 0.5 以下 (第1法, 10 g)。
皂 化 价 2 以下 (10 g)。
碘 价 3 以下。
羟 价 210~240 (0.7 g)。
纯度试验 适用油醇的纯度试验。
灼烧残分 0.10% 以下 (第1法, 5 g)。

6. 鲸蜡十八烷醇 Cetostearyl Alcohol

本品主要成分为鲸蜡醇 ($C_{16}H_{34}O$; 242.44) 和十八烷醇 ($C_{18}H_{38}O$; 270.50)。

性 状 本品为白色~带黄白色的薄片、粒子或块状的蜡状物质，稍有特异的气味。
熔 点 46~56° (第2法)。
酸 价 1 以下 (第1法, 10 g)。
皂 化 价 2 以下 (10 g)。
羟 价 200~230 (0.7 g)。
碘 价 3 以下。
纯度试验 (1) 溶状 本品 3.0 g, 加无水乙醇 25 ml, 在水浴上加热溶解时, 液体是无色澄明的。
灼烧残分 0.10% 以下 (第1法, 5 g)。

7. 山 蓿 醇 Behenyl Alcohol



$C_{22}H_{46}O$; 326.6

本品主要成分为山蓿醇 ($C_{22}H_{46}O$)。

性 状 本品为白色的薄片、粒子或块, 稍有特异的气味。
熔 点 65~73° (第2法)。
酸 价 1 以下 (第2法, 10 g)。
皂 化 价 3 以下 (10 g)。
羟 价 165~185。
碘 价 3 以下。
纯度试验 (1) 溶状 本品 3.0 g 加无水乙醇 25 ml, 加温溶解时, 液体是澄明的。
 (2) 碱 将 (1) 的液体加酚酞试液 2 滴时, 液体不呈红色。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

灼烧残分 0.1% 以下 (第 1 法, 5 g)。

8. 羊毛醇

Lanolin Alcohol

本品为羊毛脂皂化后得到的高级脂肪族醇及胆固醇等的脂环族醇的混合物。

本品干燥物定量时, 胆固醇 ($C_{27}H_{46}O$; 386.66) 含量在 30.0% 以上。

性 状 本品为淡黄色~黄褐色软膏状或蜡状物质, 有特异气味。

确认试验 本品的氯仿溶液 (1→50) 5 ml, 加醋酐 1 ml 和硫酸 2 滴时, 液体呈绿色。

熔 点 $45\sim75^{\circ}$ (第 2 法)。

酸 价 2.0 以下 (第 1 法, 5 g)。

皂化价 12 以下。但要加热 4 小时。

纯度试验 (1) 液性 本品 5.0 g 加水 2.5 ml, 煮沸 10 分钟, 冷后过滤, 滤液呈中性。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 用灼烧残留分试验法 (第 2 法) 灼烧灰化后加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml, 在水浴上蒸发干涸, 残留物加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml 作为试验溶液, 用第 4 法进行试验时, 其限量在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。

干燥减量 1.0% 以下 (5 g, 105° , 2 小时)。

灼烧残分 0.15% 以下 (第 2 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称量约 1 g, 加温乙醇 25 ml 溶解, 用布氏漏斗形玻璃过滤器 (3 G 2) 过滤, 残留物用 50 ml 温乙醇洗涤。冷后, 滤液中加乙醇至 100 ml, 取此液 10 ml, 加毛地黄皂甙-乙醇溶液 (1→200) 40 ml, 将此液加温至 60° 后, 在室温放置 18 小时, 用已知重量的坩埚形玻璃过滤器 (1 G 2) 将析出物滤出。残留物用乙醇 15 ml, 再用丙酮 15 ml, 然后用热的四氯化碳 15 ml 洗, 并在 105° 干燥至恒重。

$$\text{胆固醇的量 (mg)} = \text{析出物的量 (g)} \times 241$$

9. 氢化羊毛醇

Lanolin Alcohol, Hydrogenated

本品为羊毛醇加氢的产物。本品干燥物定量时, 胆固醇 ($C_{27}H_{46}O$; 386.66) 含量在 30.0% 以上。

性 状 本品为白色~黄褐色蜡状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 适用羊毛醇的确认试验。

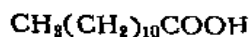
熔 点 55~75° (第 2 法)。
 皂 化 价 12 以下。但要加热 4 小时。
 碘 价 20 以下。四氯化碳和一氯化碘试液, 分别用氯仿和一溴化碘试液代替。
 纯度试验 适用羊毛醇的纯度试验。
 干燥减量 1.0% 以下 (5 g, 105°, 2 小时)。
 灼烧残分 0.15% 以下 (第 2 法, 1 g)。
 定 量 法 适用羊毛醇的定量法。

$$\text{胆固醇的量 (mg)} = \text{析出物的量 (g)} \times 241$$

(四) 脂 肪 酸 类

1. 月 桂 酸

Lauric Acid

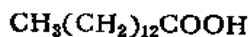


$\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$, 200.32

本品为高级饱和脂肪酸的混合物, 主要成分为月桂酸 ($\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$)。
 性 状 本品为白色薄片、粒状或块状结晶性固体, 或为无色透明液体, 有特异的
 气味。
 熔 点 32~45° (第 2 法)。
 酸 价 275~285 (第 2 法, 0.5 g)。
 酯 价 3.0 以下 (第 1 法)。
 碘 价 1.0 以下。
 纯度试验 适用硬脂酸的纯度试验。
 灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 5 g)。

2. 豆 蔻 酸

Myristic Acid



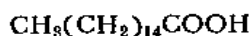
$\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_2$, 228.37

本品为高级脂肪酸的混合物, 主要成分为豆蔻酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_2$)。
 性 状 本品为白色的薄片、粒子或块状结晶性固体, 有特异的的气味。
 熔 点 45~56° (第 2 法)。
 酸 价 240~250 (第 2 法, 0.5 g)。
 酯 价 3.0 以下 (第 1 法)。
 碘 价 1.0 以下。
 纯度试验 适用硬脂酸的纯度试验。

灼烧残分 0.10%以下 (第1法, 5 g)。

3. 棕榈酸

Palmitic Acid



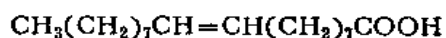
$\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$; 256.43

本品为高级饱和脂肪酸的混合物, 主要成分为棕榈酸($\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$)。

性 状 本品为白色薄片、粒状或块状结晶性固体, 稍有特异气味。
熔 点 $50\sim 63^\circ$ (第2法)。
酸 价 212~222 (第2法, 0.5 g)。
酯 价 3 以下 (第1法)。
碘 价 2 以下。
纯度试验 适用硬脂酸的纯度试验。
灼烧残分 0.10%以下 (第1法, 5 g)。

4. 油 酸

Oleic Acid



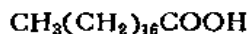
$\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$; 282.

本品为液状脂肪酸, 主要由油酸($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$)组成。

性 状 本品为无色~淡黄色透明油状液体, 有特殊的气味。
相对密度 d_{20}^{20} ; 0.866~0.906 (第1法)。
凝 固 点 10° 以下。
酸 价 195~204 (第2法, 0.5 g)。
酯 价 3 以下 (第1法)。
碘 价 80~95。
纯度试验 脂肪油或矿物油 在1 ml 本品中加无水碳酸钠 0.5 g 及水 50 ml 煮沸时, 液体热时透明, 即或混浊但颜色不能深于下面的比较液。
比较液: 在 0.01 N 盐酸 0.6 ml 中, 加稀硝酸 6 ml 并加水至 50 ml, 然后加硝酸银试液 1 ml。
灼烧残分 0.10%以下 (第1法, 5 g)。

5. 硬 脂 酸

Stearic Acid



$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$; 284.48

本品为高级饱和脂肪酸的混合物，主要成分是硬脂酸($\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$)。

性 状	本品为白色的薄片、粒子或块状结晶性固体，稍有特异的气味。
熔 点	52~70° (第2法)。
酸 价	192~215 (第2法, 0.5 g)。
酯 价	3 以下 (第1法)。
碘 价	7 以下。
纯度试验	脂肪油和矿物油 本品 1 g 加无水碳酸钠 0.5 g 和水 30 ml 煮沸时，液体热时透明或虽有混浊，但混浊度不比下面的比较液深。 比较液：0.01 N 盐酸 0.7 ml 加稀硝酸 6 ml 和水至 30 ml，加硝酸银 1 ml。
灼烧残分	0.10% 以下 (第1法, 5 g)。

6. 异 硬 脂 酸

Isostearic Acid

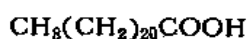
$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$; 284.4

本品为侧链高级饱和脂肪酸的混合物，其主要成分是异硬脂酸($\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$)。

性 状	本品为无色~淡黄色透明的油状液体，几乎没有气味。
相对密度	d_{20}^{20} : 0.802~0.905 (第1法)。
浊 点	15° 以下。
酸 价	175~215 (第2法, 0.5 g)。
酯 价	12 以下 (第1法)。
碘 价	15 以下。
纯度试验	脂肪油矿物油 在 1.0 g 本品中加无水碳酸钠 0.5 g 及水 30 ml 并进行煮沸，此时溶液(热时)透明或混浊，但不能比下面的比较液深。 比较液：在 0.7 ml 0.01 N 盐酸中加 6 ml 稀硝酸并加水至 30 ml，再加硝酸银试液 1 ml。
灼烧残分	0.10% 以下 (第2法, 5 g)。

7. 山 薊 酸

Behenic Acid



$\text{C}_{22}\text{H}_{44}\text{O}_2$; 340.59

本品为高级饱和脂肪酸的混合物，主要成分为山薊酸 ($\text{C}_{22}\text{H}_{44}\text{O}_2$)。

性 状	本品为白色薄片，或为粒状或块状结晶性固体，稍有特异的气味。
熔 点	69~80° (第2法)。
酸 价	164~175 (第2法, 0.5 g)。
酯 价	3 以下 (第1法)。
碘 价	3 以下。
纯度试验	脂肪油和矿物油 本品 0.5 g 加无水碳酸钠 0.5 g, 乙醇 2 ml 和水 30 ml 煮沸后，以下适用硬脂酸的纯度试验。
灼烧残分	0.10% 以下 (第1法, 5 g)。

8. 羊毛脂肪酸

Lanolin Fatty Acid

本品为羊毛脂皂化后制得的物质经精制而得。

性 状	本品为淡黄色~黄色的蜡状物质，有特异气味。
熔 点	50~65° (第2法)。
酸 价	110~160 (第1法, 0.5 g)。
皂化价	150~190。这里，加热 4 小时。
碘 价	12 以下。四氯化碳和一氯化碘试液，分别用氯仿和一溴化碘代替。
纯度试验	(1) 凡士林 本品 1.0 g 加四氢呋喃-甲苯等容量混合液 10 ml 溶解，取此溶液 50 μl 在薄层板上作斑点，以水饱和过的四氯化碳作为展开溶剂，用薄层色谱法进行试验。将薄层板风干，用稀释硫酸 (1→2) 均匀喷雾后，在 80° 加热 5 分钟，冷后，在主波长约 365 nm 的紫外线下观察时，溶剂的先端附近认不出发生荧光的斑点。这里，此试验用的薄层板，预先用水饱和过的四氯化碳展开至上端为止，风干后，在 110° 干燥 60 分钟后使用。 (2) 羊毛脂 本品 0.1 g 加氯仿 100 ml 溶解，用此液 50 μl 在薄层板上作斑点，然后用苯-无水乙醇混合液 (95:5) 作为展开溶剂，进行薄层色谱法试验。将薄层板风干，用稀释硫酸 (1→2) 均匀喷雾后，在 80° 加热 5 分钟，冷后，在主波长约 365 nm 的紫外线下观察时，溶剂先端附近发出的荧光斑点，应比比较液以同样操作产生的荧光斑点为弱。比较液取用：羊毛脂 0.1 g 加氯仿 100 ml 溶解，正确取此液 1 ml，再加氯仿至正确 20 ml，作为比较液。

干燥减量 1.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 0.20%以下 (第 3 法, 3 g)。

9. 软质羊毛脂肪酸

Soft Lanolin Fatty Acid

本品为将羊毛脂皂化所得的软质的脂肪样物质经精制所得的产物。

性 状 本品为白色~淡黄色的柔软蜡状物质, 有特异的气味。

熔 点 35~55° (第 2 法)。

酸 价 120~190 (第 1 法, 0.5 g)。

皂化价 170~210。这里, 加热 4 小时。

碘 价 15 以下。四氯化碳和一氯化碘试液, 分别使用氯仿和一溴化碘试液替代。

纯度试验 (1) 凡士林 本品 1.0 g 加四氢呋喃-甲苯等容量混合液 10 ml 溶解, 取此液 50 μ l 在薄层上作斑点, 然后用水将四氯化碳饱和后作为展开溶剂, 进行薄层色谱法试验。将薄层板风干, 用稀释硫酸 (1→2) 均匀喷雾后, 在 80°加热 5 分钟, 冷后, 在主波长约 365 nm 的紫外线下观察时, 在溶剂的先端附近, 看不到发出荧光的斑点。这里, 该试验用的薄层板, 预先用水饱和过的四氯化碳展开至上端为止, 风干后, 在 110°干燥 60 分钟后使用。

(2) 羊毛脂 本品 0.1 g 加氯仿 100 ml 溶解, 用此液 50 μ l 在薄层上作斑点, 然后用苯-无水乙醇混合液 (95:5) 作为展开溶剂, 进行薄层色谱法试验。将薄层板风干, 用稀释硫酸 (1→2) 均匀喷雾后, 在 80°加热 5 分钟, 冷后, 在主波长约 365 nm 的紫外线下观察时, 溶剂先端附近发出的荧光斑点, 应比比较液以同样操作产生的荧光斑点为弱。比较液取用: 羊毛脂 0.1 g 加氯仿 100 ml 溶解, 正确取此溶 1 ml, 再加氯仿正确至 20 ml, 作为比较液。

干燥减量 1.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 0.20%以下 (第 3 法, 3 g)。

10. 硬质羊毛脂肪酸

Hard Lanolin Fatty Acid

本品为将羊毛脂皂化所得的硬的脂肪样物质经精制而得的产物。

性 状 本品为淡黄色~黄色的硬蜡状物质, 有特异的气味。

熔 点 62~80° (第 2 法)。

酸 价 90~140 (第 1 法, 0.5 g)。

皂化价 130~170。这里, 加热 4 小时。

- 碘 价** 10 以下。四氯化碳和一氯化碘试液 分别使用氯仿和一溴化碘试液替代。
- 纯度试验** (1) 凡士林 本品 1.0 g 加四氢呋喃甲苯等容量混合液 10 ml 溶解, 取此液 50 μ l 在薄层上作斑点, 然后用水将四氯化碳饱和后作为展开溶剂, 进行薄层色谱法试验。将薄层板风干, 用稀释硫酸 (1 \rightarrow 2) 均匀喷雾后, 在 80 $^{\circ}$ 加热 5 分钟, 冷后, 在主波长约 365 nm 的紫外线下观察时, 在溶剂的先端附近, 看不到发出荧光的斑点。这里, 该试验用的薄层板, 预先使用水饱和过的四氯化碳展开至上端为止, 风干后, 在 110 $^{\circ}$ 干燥 60 分钟后使用。
- (2) 羊毛脂 本品 0.1 g 加氯仿 100 ml 溶解, 用此液 50 μ l 在薄层上作斑点, 然后用苯-无水乙醇混合液 (95:5) 作为展开溶剂进行薄层色谱法试验。将薄层板风干, 用稀释硫酸 (1 \rightarrow 2) 均匀喷雾后, 在 80 $^{\circ}$ 加热 5 分钟, 冷后, 在主波长约 365 nm 的紫外线下观察时, 溶剂先端附近发出的荧光斑点, 应比比较液以同样操作产生的荧光斑点为弱。比较液取用: 羊毛脂 0.1 g 加氯仿 100 ml 溶解, 正确取此液 1 ml, 再加氯仿正确至 20 ml, 作为比较液。
- 干燥减量** 1.0% 以下 (5 g, 105 $^{\circ}$, 1 小时)。
- 灼烧残分** 0.20% 以下 (第 3 法, 3 g)。

(五) 矿物烃类

1. 轻质液体异链烷烃

Light Liquid Isoparaffin

本品为异丁烯和正丁烯共聚后加氢所得之带有侧链的碳氢化合物的混合物, 其聚合度为 4~6。

- 性 状** 本品为无色透明的油液, 几乎没有气味。
- 确认试验** 本品使用红外吸收光谱测定法的液膜法进行测定时, 可以看出 1465 cm^{-1} , 1380 cm^{-1} 和 1362 cm^{-1} 处的吸收。不能明显地看出 880 cm^{-1} 处的吸收。
- 相对密度** d_{4}^{20} : 0.770~0.830。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.432~1.462。
- 碘 价** 7 以下。
- 纯度试验** (1) 酸和碱 取本品 10 ml, 加 10 ml 热水和酚酞试液 1 滴, 强烈振荡混合时, 液体不呈现红色。另外, 在其中加 0.02 N 氢氧化钠液 0.20 ml 后强烈振荡混合时, 出现红色。
- (2) 多环芳烃 用 25 ml 量筒量取本品 25 ml, 移转至 100 ml 的分液漏斗中, 量取使用吸收光谱用的正己烷 25 ml 洗涤, 将洗液合并于分液漏斗中, 细心振荡混合。加入吸收光谱用二甲亚砜 5.0 ml, 强烈振荡混合 2 分钟后,

放置 15 分钟。将下层转移至 50 ml 的分液漏斗中，加入吸收光谱用正己烷 2 ml，强烈振荡 2 分钟混合后，静置 2 分钟。将下层转移到带塞的离心沉淀管中，以每分钟 2500~3000 转的速度离心分离约 10 分钟，得澄明液体，装入光度计的池中，密塞，以此作为试验溶液。另外，取吸收光谱用正己烷 25 ml 置于 50 ml 的分液漏斗中，加入吸收光谱用二甲亚砷 5.0 ml，强烈振荡混合 2 分钟后，静置 2 分钟。将下层转移至 10 ml 带塞的离心分离管中，以每分钟 2500~3000 转的速度离心分离约 10 分钟，得澄明液体，装入光度计的池中，密塞。以此作为对照，立即测定试验溶液的吸光度时，于波长 260~350 nm 处，在 0.10 以下。

(3) 重金属 取本品 1.0 g，适用灼烧残分试验法（第 1 法）灼烧后，加盐酸 2 ml 和硫酸 0.5 ml，置于水浴上蒸发干涸。以此作为试料，按第 1 法操作，试验进行时，其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法调制试验溶液，使用装置 B 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

2. 液体异链烷烃（液体聚异丁烯）

Liquid Isoparaffin

本品为异丁烯和正丁烯共聚后加氢所得之带有侧链的碳氢化合物的混合物，其聚合度为 5~10。

性 状 本品为无色透明的油液，几乎没有气味。

确认试验 本品使用红外吸收光谱测定法的液膜法进行测定时，可以看出 1465 cm^{-1} 、 1380 cm^{-1} 和 1362 cm^{-1} 处的吸收。不能明显地看出在 880 cm^{-1} 处的吸收。

凝固点 -20° 以下。

相对密度 d_{4}^{20} : 0.810~0.855。

折光指数 n_D^{20} : 1.450~1.475。

碘 价 3 以下。

纯度试验 (1) 酸和碱 取本品 10 ml，加 10 ml 热水和酚酞试液 1 滴，强烈振荡混合时，液体不呈现红色。另外，在其中加 0.02 N 氢氧化钠液 0.20 ml 后强烈振荡混合时，出现红色。

(2) 多环芳烃 用 25 ml 量筒量取本品 25 ml，转移至 100 ml 的分液漏斗中，量取使用吸收光谱用的正己烷 25 ml 洗涤，将洗液合并于分液漏斗中，细心振荡混合。加入吸收光谱用二甲亚砷 5.0 ml，强烈振荡混合 2 分钟后，放置 15 分钟。将下层转移至 50 ml 的分液漏斗中，加入吸收光谱用正己烷 2 ml，强烈振荡 2 分钟混合后，静置 2 分钟。将下层转移到带塞的离心沉淀管中，以每分钟 2500~3000 转的速度离心分离约 10 分钟，得澄明液体，装入光度计的池中，密塞，以此作为试验溶液。另外，取吸收光谱用正己烷 25 ml 置于 50 ml 的分液漏斗中，加入吸收光谱用二甲亚砷 5.0 ml，强烈振荡混合 2 分钟

后,静置2分钟。将下层转移至10 ml带塞的离心分离管中,以每分钟2500~3000转的速度离心分离约10分钟,得澄明液体,装入光度计的池中,密塞。以此作为对照,立即测定试验溶液的吸光度时,于波长260~350 nm处,在0.10以下。

(3) 重金属 取本品1.0 g,适用灼烧残分试验法(第1法)灼烧后,加盐酸2 ml和硫酸0.5 ml置于水浴上蒸发干涸。以此作为试料,按第1法操作,试验进行时,其限度在30 ppm以下。比较液取用铅标准液3.0 ml。

(4) 砷 取本品1.0 g,按第3法调制试验溶液,使用装置B的方法进行试验时,其限度为2 ppm以下。

3. 石 蜡 Paraffin

本品为从石油中取得的固形烃类混合物。

性 状 本品为无色或白色稍带透明的结晶性块状物,稍有特异的气味,无味。

熔 点 50~70°(第2法)。

纯度试验 (1) 液性 本品10 g加热熔化,加热乙醇10 ml,摇荡混合后放置时,分离出来的乙醇层呈中性。

(2) 硫酸呈色物 取本品5 g置于纳氏比色管中,在70°水浴上加热熔化,加94.5~95.5%硫酸5 ml。将它在70°水浴上加温1分钟以后,从水浴中取出摇荡混合数秒钟,如此操作进行3次后,再在70°水浴加温30秒,分离出来的硫酸层颜色,不比下面的比较液深。

比较液:氯化铁色的比较原液3.0 ml,加氯化钴色的比较原液1.5 ml,和硫酸铜色的比较原液0.5 ml后,摇荡混合。

(3) 硫化物 本品4.0 g加无水乙醇2 ml,再加用一氧化铅饱和过的氢氧化钠溶液(1→5)的透明液2滴,屡屡摇荡在70°加热10分钟后,放冷时液体不呈暗色。

(4) 重金属 取本品1.0 g,按灼烧残分试验法(第1法)灼烧之后,加盐酸2 ml和硝酸0.5 ml,在水浴上蒸发干涸。残留物加稀醋酸2 ml和水至50 ml,以此作为试验溶液,按第4法进行试验时,其限度为30 ppm以下。比较液取用铅标准液3.0 ml。

(5) 砷 本品1.0 g加硝酸镁-乙醇溶液(1→20)1 ml,用小火焰小心加热,然后在450~500°灼烧灰化。冷后,残留物加稀盐酸10 ml,加温溶解,以此作为试验溶液,采用装置C,按方法进行试验时,其限度为2 ppm以下。

灼烧残分 0.05%以下(第1法,5 g)。

4. 石 蜡 油 Liquid Petrolatum

本品为从石油取得的液状烃类的混合物。

性 状 本品为无色不发荧光的透明油液,无气味,加热时也几乎没有石油样的气味,无味。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.815~0.910 (第1法)。

纯度试验 (1) 液性 本品 10 ml 加乙醇 10 ml 煮沸时,乙醇层呈中性。

(2) 硫化物 取本品 4.0 ml,适用石蜡的纯度试验 (3)。

(3) 多环芳烃 在 25 ml 量筒中量取本品 25 ml,移转于 100 ml 分液漏斗中,量筒取吸收光谱用正己烷 25 ml 洗涤,将洗液合并于分液漏斗中,摇荡混合。在此混合液中加吸收光谱用二甲亚砜 5.0 ml,强烈摇荡混合 2 分钟后,放置 15 分钟,将下层转移到 50 ml 分液漏斗加吸收光谱用正己烷 2 ml,强烈摇荡混合 2 分钟以后,静置 2 分钟。将下层转移到 10 ml 的带塞离心沉淀管中,以转速每分钟 2500~3000 转的速度离心分离得澄明液体,放入测定池,密塞,以此作为试料溶液。

此外,在 50 ml 的分液漏斗中放入吸收光谱用正己烷 25 ml,加吸收光谱用二甲亚砜 5.0 ml,强烈摇荡混合 2 分钟后,静置 2 分钟,将下层转移到 10 ml 的带离心沉淀管中,以每分钟约 2500~3000 转的速度离心分离。得澄明液体,放入测定池,密塞,以此作为对照。马上测定试料溶液的吸光度时,在波长 260~350 nm 处,为 0.10 以下。

(4) 硫酸呈色物 在纳氏比色管中取本品 5 ml,加 94.5~95.55% 硫酸 5 ml,在 70° 水浴上加温 10 分钟并屡屡摇混时,石蜡油层不变色,而硫酸层的颜色,不比下面的比较液的颜色深。

比较液:在氯化铁色的比较原液 3.0 ml 中,加氯化钴色的比较原液 1.5 ml 和硫酸铜色的比较原液 0.5 ml,摇荡混合。

(5) 重金属 适用石蜡的纯度试验 (4)。

(6) 砷 适用石蜡的纯度试验 (5)。

5. 凡 士 林 Petrolatum

本品为从石油中取得的类固形烃类的混合物。

性 状 本品为白色~微黄色质量完全均匀的软膏状物质,几乎没有气味,无味。

熔 点 38~60° (第3法)。

纯度试验 (1) 液性 适用石蜡的纯度试验 (1)。

(2) 硫化物 适用石蜡的纯度试验 (2)。

(3) 重金属 适用石蜡的纯度试验 (4)。

(4) 砷 适用石蜡的纯度试验 (5)。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 5 g)。

6. 微 晶 蜡

Microcrystalline Wax

本品为从石油制得的固体烃类混合物, 主要成分为异链烷烃 (Isoparaffin)。

性 状 本品白色~淡黄色稍有透明性或为不透明微晶性的板状、薄片状、小半球状或块状物, 柔软而有脆性的物质。稍有特异的气味, 无味。

熔 点 60~85° (第 2 法)。

纯度试验 (1) 液性 适用石蜡的纯度试验 (1)。
(2) 硫化物 适用石蜡的纯度试验 (3)。
(3) 重金属 适用石蜡的纯度试验 (4)。
(4) 砷 适用石蜡的纯度试验 (5)。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 5 g)。

7. 地 蜡

Ceresin

本品为从地蜡中取得的固形烃类的混合物。

性 状 本品为无色或白色结晶块, 稍有特异的气味, 无味。

熔 点 61~95° (第 2 法)。

纯度试验 (1) 液性 本品 10 g 加热溶解后, 加热乙醇, 摇荡混合放置时, 分离出来的乙醇层呈中性。

(2) 硫化物 本品 4.0 g 加无水乙醇 2 ml, 加氢氧化钠溶液 (1→5) 用氧化铅饱和后的透明液 2 滴, 在 70° 屡屡摇动混合加热 10 分钟以后放冷时, 液体不呈暗色。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 按照灼烧残分试验法 (第 1 法) 灼烧后, 加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml 在水浴上蒸发干涸。残留物加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液按第 4 法进行试验时, 其限度为 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。

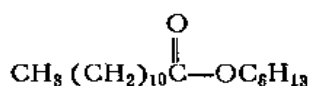
(4) 砷 本品 1.0 g 加硝酸镁-乙醇溶液 (1→20) 1 ml, 小心用小火加热, 然后在 450~500° 灼烧至灰化为止。冷后, 残留物加稀盐酸 10 ml, 加温溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验, 其限度为 2 ppm 以下。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 5 g)。

(六) 合成酯类 (润肤剂)

1. 月桂酸己酯

Hexyl Laurate



$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$: 384.48

本品主成分为己醇的月桂酸酯。

性 状	本品为微黄色透明液体，几乎无气味。
相对密度	d_{20}^{20} : 0.850~0.870 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.438~1.441。
浊 点	0° 以下。
酸 价	0.5 以下 (第1法, 10 g)。
酯 价	190~220 (第1法)。
碘 价	2.0 以下。
羟 价	5 以下 (10 g)。

2. 十四醇乳酸酯

Myristyl Lactate

$\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_3$: 286.45

本品主要成分为十四醇乳酸酯 ($\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_3$)。

性 状	本品为无色~微黄色油液或白色固体，无气味，或稍有特异气味。
确认试验	(1) 适用十六醇乳酸酯的确认试验 (1)。 (2) 适用十六醇乳酸酯的确认试验 (2)，但是残留物的差价为 249~292。
相对密度	d_{20}^{20} : 0.892~0.904 (第1法)。
酸 价	2 以下 (第1法, 5 g)。
皂化价	166~196。
纯度试验	溶状 本品 1.0 g 加无水乙醇 10 ml 溶解，液体几乎澄明。
灼烧残分	0.10% 以下 (第2法, 1 g)。

3. 十六醇乳酸酯

Cetyl Lactate

$\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{O}_3$: 314.51

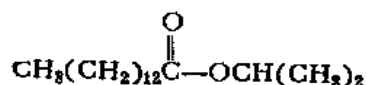
本品主成分为十六醇乳酸酯 ($\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{O}_3$)。

性 状	本品为白色柔软固体，几乎没有气味。
-----	-------------------

- 确认试验** (1) 本品 5 g 加稀氢氧化钾-乙醇试液 50 ml, 装上回流冷凝器在水浴上屡屡摇动加热 1 小时, 冷后, 加水 70 ml 后, 加石油醚 50 ml, 摇动混合萃取后, 再用石油醚每次 20 ml 萃取 2 次后, 分离出水乙醇层, 减压蒸馏, 残留物呈乳酸盐的定性反应。
- (2) 取(1)的石油醚萃取液, 用水洗涤, 每次用水 40 ml, 洗至中性为止。加无水硫酸钠 5 g, 振荡混合脱水。然后用滤纸过滤, 滤液减压蒸馏除去石油醚。测定残留物的羟价时, 羟价为 210~240。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 0.893~0.905 (第 1 法)。
- 酸 价** 2 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 皂化价** 174~189。
- 纯度试验** 溶状 本品 1.0 g 加无水乙醇 10 ml 溶解, 液体几乎澄明。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

4. 豆蔻酸异丙酯

Isopropyl Myristate



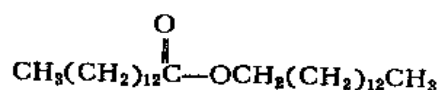
$\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$; 270.45

本品主成分为异丙醇的豆蔻酸酯($\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$)。

- 性 状** 本品在常温时为无色透明液体, 无气味, 或稍有特异的气味。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 0.850~0.860 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.434~1.437。
- 凝 固 点** 9° 以下。
- 酸 价** 1.0 以下 (第 1 法, 10 g)。
- 酯 价** 202~213 (第 1 法)。
- 碘 价** 1.0 以下。

5. 豆蔻酸豆蔻基酯

Myristyl Myristate



$\text{C}_{28}\text{H}_{56}\text{O}_2$; 424.75

本品主成分为豆蔻醇的豆蔻酸酯($\text{C}_{28}\text{H}_{56}\text{O}_2$)。

- 性 状** 本品为白色结晶性固体, 无气味, 或稍有特异气味。
- 熔 点** 36~46° (第 2 法)。
- 酸 价** 1.0 以下 (第 2 法, 5 g)。

酯 价 115~135 (第1法)。
 碘 价 1.0 以下。
 羟 价 7 以下 (10 g)。

6. 豆蔻酸 2-辛基十二醇酯 2-Octyldodecyl Myristate

$C_{34}H_{68}O_2$: 508.91

本品主成分为 2-辛基十二醇的豆蔻酸酯 ($C_{34}H_{68}O_2$)。

性 状 本品为几乎无色的透明液体, 几乎没有气味。
 相对密度 d_{20}^{20} : 0.850~0.860 (第1法)。
 折光指数 n_D^{20} : 1.453~1.457。
 浊 点 10° 以下。
 酸 价 7.0 以下 (第1法, 10 g)。
 酯 价 90~111 (第1法)。
 碘 价 7.0 以下。

7. 甘油基三豆蔻酸酯 Glyceryl Trimyristate

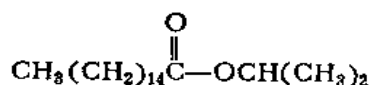
$C_{45}H_{86}O_6$: 723.17

本品主成分为甘油基三豆蔻酸酯 ($C_{45}H_{86}O_6$)。

性 状 本品为白色粉末或结晶性块状物, 几乎无气味。
 确认试验 (1) 本品 0.2 g 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时, 产生丙烯醛样的刺激臭。
 (2) 本品 0.1 g 加乙醇 2 ml, 加温溶解, 加稀硫酸 5 ml, 在水浴上加热 30 分钟后冷却时, 有黄白色固体析出。将此固体分离, 加乙醚 3 ml, 振荡混合时溶解。
 熔 点 $45\sim58^\circ$ 。
 酸 价 3 以下 (第2法, 2 g)。
 皂化价 224~244。
 碘 价 3.0 以下。
 羟 价 30 以下。
 干燥减量 2.0% 以下 (1 g, 105° , 2 小时)。
 灼烧残分 0.5 以下 (第3法, 1 g)。

8. 棕榈酸异丙酯

Isopropyl Palmitate



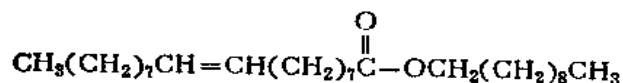
$\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{O}_2$: 298.51

本品的主要成分是棕榈酸异丙酯 ($\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{O}_2$)。

性 状	本品在常温下为无色透明液体，无气味，或稍有特异气味。
相对密度	d_{20}^{20} : 0.850~0.896 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.437~1.440。
凝固点	8~15°。
酸 价	1 以下 (第1法, 10 g)。
羟 价	179~192 (第1法)。
碘 价	1 以下。

9. 油 酸 癸 酯

Decyl Oleate



$\text{C}_{28}\text{H}_{54}\text{O}_2$: 422.73

本品主要由癸醇的油酸酯 ($\text{C}_{28}\text{H}_{54}\text{O}_2$) 组成。

性 状	本品在常温下是微黄色的透明液体，稍有特异的气味。
相对密度	d_{20}^{20} : 0.860~0.870 (第1法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.453~1.457。
浊 点	10℃ 以下。
酸 价	1 以下 (第1法, 5 g)。
酯 价	130~150 (第1法)。
碘 价	55~65。
羟 价	5 以下 (10 g)。

10. 油酸辛基十二醇酯

2-Octyldodecyl Oleate

$\text{C}_{38}\text{H}_{74}\text{O}_2$: 563.01

本品主要成分为 2-辛基十二醇的油酸酯 ($\text{C}_{38}\text{H}_{74}\text{O}_2$)。

性 状	本品为无色~淡黄色的油液，稍有特异的气味。
-----	-----------------------

确认试验	<p>(1) 本品 5 g, 加稀氢氧化钾-乙醇试液 50 ml, 装好回流冷却器在水浴上加热 2 小时, 并时常摇动。然后, 去掉回流冷却器, 用温水 100 ml 洗涤容器并转移至分液漏斗。冷后, 用乙醚萃取 3 次, 每次 50 ml。乙醚层用水洗涤至洗液呈中性。分离出来的水层合并于另一分液漏斗中。乙醚层加无水硫酸钠 5 g 脱水后过滤。然后, 将滤液中的乙醚馏去, 残留物在 105°干燥 1 小时后, 测定其羟价, 为 165~185。</p> <p>(2) (1)的水层加乙醚 100 ml, 另加甲基橙试液 1 滴, 加 1 N 盐酸试液, 直至液体呈红色。细心摇荡混合后, 分取乙醚层, 加无水硫酸钠 5 g, 放置 20 分钟后过滤, 然后, 从滤液中馏去乙醚, 残留物在 105°干燥 1 小时后, 测定其酸价(第 2 法, 0.5 g)为 195~204。此外, 测定碘价为 75.0~90.0。</p>
折光指数	n_D^{20} : 1.458~1.462。
油 点	-4°以下。
相对密度	d_4^{20} : 0.855~0.865 (第 1 法)。
酸 价	2 以下 (第 1 法, 10 g)。
羟 价	5 以下。
酯 价	96~103 (第 2 法, 另外加溶剂二甲苯 10 ml 和乙醇 10 ml)。
碘 价	39~45。
纯度试验	<p>(1) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。</p> <p>(2) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法调制试验溶液, 用装置 A 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。</p>
水 分	0.1%以下 (10 g)。
灼烧残分	0.10%以下 (第 1 法, 1 g)。

11. 聚乙二醇单油酸酯

Polyethylene Glycol Monooleate

本品主成分为聚乙二醇的单油酸酯, 还含聚乙二醇的二油酸酯和未反应的聚乙二醇。

性 状	本品为微黄色液体或为凡士林样或蜡状物质, 稍有特异的气味。
确认试验	<p>(1) 适用聚氧乙烯油基醚的确认试验。</p> <p>(2) 本品 0.1 g 加乙醇 2 ml 加温溶解后, 加稀硫酸 5 ml, 在水浴上加热 30 分钟后冷却时, 有油滴生成, 此油滴加乙醚 3 ml, 摇荡混合时溶解。</p>
酸 价	10.0 以下 (第 1 法, 2 g)。
纯度试验	<p>(1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。</p> <p>(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。</p>
干燥减量	3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
灼烧残分	1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

12. 亲油型单油酸甘油酯

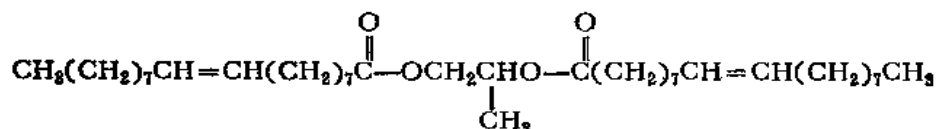
Glyceryl Monooleate, Lipophilic

本品主成分为单油酸甘油酯，也含二油酸甘油酯、三油酸甘油酯和未反应的甘油。

- 性 状** 本品为微黄色～黄色液体，或为凡士林样物质，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.2 g 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时，发生丙烯醛样的刺激臭。
(2) 本品 0.1 g 加乙醇 2 ml，加温溶解后，加稀硫酸 5 ml，在水浴上加热 30 分钟后，冷却时，有淡黄色～茶褐色的油分离。此油分加醚 3 ml 振荡混合时溶解。
- 酸 价** 5.0 以下 (第 1 法，2 g)。
- 皂 化 价** 150～175。
- 干燥减量** 2.0% 以下 (1 g，105°，1 小时)。
- 灼烧残分** 0.5% 以下 (第 1 法，1 g)。

13. 丙二醇二油酸酯

Propyleneglycol Dioleate



本品主成分为丙二醇二油酸酯，是丙二醇的脂肪酸酯。

- 性 状** 本品为淡黄褐色粘性液体，稍有特异气味。
- 确认试验** (1) 本品 10 g 加氢氧化钾-乙醇试液 100 ml，装上回流冷却器，在水浴上加热 1 小时后，将大部分乙醇馏去。冷后，加稀盐酸至呈酸性。析出的脂肪酸用石油醚萃取，每次用石油醚 50 ml，萃取 2 次除去脂肪酸。然后将酸液用乙醚萃取，每次 30 ml 乙醚，萃取 10 次，将萃取液合并，加无水硫酸钠约 10 g 脱水后，将乙醚馏去，此残留物 0.3 g 加吡啶 3 ml 和三氯甲烷 2.1 g，装上回流冷却器在水浴上加热 1 小时。冷后，加温丙酮 60 ml 溶解，加活性炭 0.06 g，振荡混合后过滤。将滤液在水浴上蒸发浓缩至约到半量为止。在 5° 以下放置一会。滤取生成的结晶，在 105° 干燥 1 小时后，测定其熔点 (第 1 法)，为 173～179°。
(2) 取 (1) 的石油醚层 5 ml，在水浴上加热，将石油醚除去。残留物加稀释硝酸 (1→2) 2 ml，在 30～35° 搅拌下加亚硝酸钾 0.5 g 时，液体产生白浊，将它冷却时，析出结晶。
- 酸 价** 8 以下 (第 1 法，5 g)。
- 皂 化 价** 175～198。

干燥减量 2.0%以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

14. 硬脂酸丁酯

Butyl Stearate



$\text{C}_{22}\text{H}_{44}\text{O}_2$: 340.59

本品主成分为丁醇的硬脂酸酯 ($\text{C}_{22}\text{H}_{44}\text{O}_2$)。

性 状 本品为无色液体或半透明固体, 几乎没有气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 5 g 加氢氧化钾-乙醇试液 50 ml, 装上回流冷却器, 在水浴上屡屡摇动加热 30 分钟, 然后取下回流冷却器加热至几乎干涸为止, 加水 50 ml, 加温使内容物溶解, 将它转移到分液漏斗中, 滴加稀硫酸中和 (指示剂: 甲基橙试液 2 滴)。冷后, 用乙醚萃取, 每次用乙醚 50 ml 萃取 2 次。乙醚层用水洗至洗液呈中性为止, 加无水硫酸钠 5 g, 振荡混合脱水后过滤, 将滤液中乙醚馏去。残留物在 105°干燥 1 小时后, 测定熔点 (第 2 法) 为 52~70°。(2) 从 (1) 得到的残留物, 在 105°干燥 1 小时, 测酸价 (第 2 法, 0.5 g) 为 192~215。

(3) 本品 5 g, 加 1 N 氢氧化钾试液 25 ml, 在水浴上屡屡摇动加热 1 小时, 滴加硫酸中和 (指示剂: 甲基橙试液 2 滴), 放置后分离出来的液体, 有丁醇的气味发生。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.851~0.861 (第 1 法)。

酸 价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

皂化价 146~177。

碘 价 1 以下。

灼烧残分 0.10%以下 (第 1 法, 1 g)。

15. 乙二醇单硬脂酸酯

Ethyleneglycol Monostearate

本品主成分为乙二醇的单硬脂酸酯。

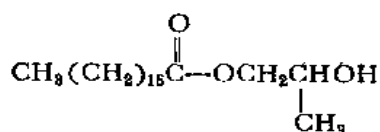
性 状 本品为微黄色块状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 5 g, 按照皂化价测定法皂化后, 将乙醇充分馏去, 在其中加 50 ml 水溶解后, 用盐酸调至酸性 (甲基橙), 用乙醚萃取 2 次, 每次用乙醚 30 ml。将乙醚层合并, 用水洗涤, 每次 20 ml 洗至洗液呈中性为止。在水浴上将乙醚馏去, 测定残留物的酸价 (第 2 法, 0.5 g) 为 192~215。使用 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 50 ml 进行皂化。

(2) 皂化价测定后，加稀盐酸 3 ml 成为酸性，析出的脂肪酸用石油醚 20 ml 萃取 2 次除去。然后将酸性液浓缩至 5 ml 为止，加碳酸钠溶液(1→10) 4 ml 使成碱性，加高锰酸钾 0.6 g 煮沸 1~2 分钟后，加 1 ml 过氧化氢试液，将产生的褐色沉淀过滤，滤液加氯化钙溶液 (1→20) 0.5 ml 时，发生白浊后，产生沉淀。

酸 价 15 以下 (第 1 法, 2 g)。
皂化价 165~185。
干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

16. 丙二醇单硬脂酸酯 Propyleneglycol Monostearate



本品为脂肪酸的丙二醇酯，主成分是丙二醇单硬脂酸酯。

性 状 本品为白色蜡状固体，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用丙二醇二油酸酯的确认试验 (1)。
 (2) 取 (1) 的石油醚层 50 ml，用水洗涤，每次用水 20 ml，洗至中性为止，在水浴上将石油醚馏去后，测定残留物的酸价 (第 2 法) 时，酸价为 192~215。

酸 价 8.0 以下 (第 1 法, 5 g)。
皂化价 157~178。
熔 点 30~48° (第 2 法)。
干燥减量 2.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。
灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

17. 亲油型单硬脂酸甘油酯 Glyceryl Monostearate, Lipophilie

本品主成分为单硬脂酸甘油酯，还含二硬脂酸甘油酯和三硬脂酸甘油酯，及未反应的甘油。

性 状 本品为白色~微黄色固体，稍有特异的气味和味道。

确认试验 (1) 本品 0.2 g 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时，发生丙烯醛样的刺激臭。
 (2) 本品 0.1 g 加乙醇 2 ml，加温溶解后，加稀硫酸 5 ml，在水浴上加热 30 分钟后，冷却时，有黄白色固体析出。将此固体分离，加乙醚 3 ml 振荡混合时溶解。

熔 点 55~70° (第 2 法)。
 酸 价 15 以下 (第 1 法, 2 g)。
 皂 化 价 150~180。
 碘 价 3.0 以下。
 干燥减量 20.0% 以下 (1 g, 105°, 恒重)。
 灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法, 1 g)。

18. 氢化羊毛脂

Lanolin Hydrogenated

本品为羊毛脂直接加氢氢化后的产物。

性 状 本品为白色~淡黄色的软膏状物质, 稍有特异的气味。
 确认试验 适用羊毛脂的确认试验。
 熔 点 35~55° (第 2 法)。
 酸 价 1.0 以下 (第 1 法, 10 g)。
 皂 化 价 10 以下。
 碘 价 20 以下。四氯化碳和一氯化碘试液, 分别用氯仿和一溴化碘试液代替。
 纯度试验 (1) 液性 适用羊毛脂的纯度试验 (1)。
 (2) 氯化物 适用羊毛脂的纯度试验 (2)。
 (3) 氨 适用羊毛脂的纯度试验 (3)。
 (4) 水溶性有机物 适用羊毛脂的纯度试验 (4)。
 (5) 凡士林 本品 0.5 g 加无水乙醇 40 ml 煮沸时, 液体澄明, 或虽有混浊, 但其混浊度, 不比如下的比较液大。比较液: 0.01 N 盐酸 0.70 ml 加稀硝酸 6 ml 和水配成 50 ml, 加硝酸银试液 1 ml 放置 5 分钟, 作为比较液。

19. 乙酰化羊毛脂

Lanolin Acetate

本品为羊毛脂的乙酰化物。

性 状 本品为淡黄色~黄褐色, 强粘性的软膏样物质, 稍有特异的气味。
 确认试验 (1) 本品 0.1 g 加醋酐 10 ml 溶解, 加硫酸 1 滴时, 液体呈绿色。
 (2) 本品 5 g 加氢氧化钾-乙醇试液 10 ml, 在水浴上加热 30 分钟。冷后, 加稀盐酸 3 ml 和水 5 ml 后, 加热过滤, 滤液呈醋酸盐的定性反应 (3)。
 熔 点 30~40° (第 2 法)。
 酸 价 3 以下 (第 1 法, 5 g)。
 皂 化 价 100~130。加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液后, 加苯 20 ml。
 碘 价 10 以下。
 纯度试验 (1) 凡士林 本品 1.0 g 加四氢呋喃和甲苯的等容混合液 10 ml 溶解, 取此

液 50 μ l, 在薄层板上作点滴, 用水饱和的四氯化碳作为展开溶媒, 进行薄层色谱法试验。薄层板以稀释硫酸 (1 \rightarrow 2) 喷雾后, 在 80 $^{\circ}$ 加热 5 分钟, 冷后, 在波长约 366 nm 的紫外线下观察时, 在溶媒的先端附近未认出有发荧光的斑点。

(2) 甘油 本品 2.0 g 加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 25 ml, 装上回流冷却器, 在水浴上屡屡摇动, 加热 1 小时。然后加水 20 ml 和甲基橙试液 3 滴, 滴加稀盐酸中和。然后, 在水浴上加热直至液体几乎变为透明并分离为二层后, 冷却。用润湿的滤纸过滤, 取出下层水液, 此液在水浴上蒸发干涸, 残留物加硫酸氢钾 0.5 g 加热时, 不发生刺激臭。

干燥减量 0.20% 以下 (5 g, 105 $^{\circ}$, 2 小时)。

灼烧残分 0.20% 以下 (第 2 法, 1 g)。

20. 羊毛脂肪酸异丙酯

Lanolin Fatty Acid Isopropyl Ester

本品主成分为异丙醇的羊毛脂肪酸酯。

性 状 本品为黄色凡士林样或蜡状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 本品 5 g 加氢氧化钾试液 25 ml, 装好回流冷却器, 置水浴中时时摇荡混合, 加热 1 小时。冷后, 加甲基橙试液, 滴加稀硫酸中和后, 再加稀硫酸 1 ml, 过滤。取滤液 20 ml, 加高锰酸钾试液 20 ml 在水浴上加热, 将发生的气体用玻璃管直接捕集到用水杨醛的乙醇溶液 (1 \rightarrow 4) 和氢氧化钠溶液 (3 \rightarrow 10) 润湿过的滤纸时, 滤纸即呈红褐色。

酸 价 20 以下 (第 1 法, 5 g)。

皂化价 125~165。

碘 价 15 以下。用氯仿和一溴化碘试液分别替代四氯化碳和一氯化碘试液。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1 g 加氯仿 10 ml, 加温溶解时, 液体是透明的。

(2) 液性 本品 5.0 g 加水 25 ml, 煮沸 10 分钟, 冷后, 过滤后的液体为中性。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$, 1 小时)。

灼烧残分 0.2% 以下 (第 3 法, 3 g)。

21. 鲸蜡醇肉豆蔻酸酯

Cetyl Myristate

$C_{30}H_{60}O_2$: 452.80

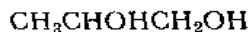
本品主要成分为鲸蜡醇的肉豆蔻酸酯 ($C_{30}H_{60}O_2$)。

- 性 状** 本品为白色蜡状的薄片、粒子或块，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 5 g 加氢氧化钾-乙醇试液 50 ml，装好回流冷却器，置水浴上时时摇动混合并缓和地煮沸 1 小时，轻移至分液漏斗中。将烧瓶用温水 100 ml 洗涤，将洗液也加入分液漏斗内。再加水 50 ml 放冷至室温。然后加乙醚 100 ml，剧烈摇荡混合 1 分钟进行萃取。得到的水层用乙醚 50 ml 洗净 2 次后，水层加甲基橙试液 2 滴，滴加稀盐酸中和，用乙醚 50 ml 抽出 2 次。将乙醚层合并，用水洗每次用水 20 ml 洗至洗液变为中性为止。加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后，用滤纸 (5 C) 过滤。滤液在水浴上馏去乙醚，测定残留物的酸价时 (第 2 法，0.5 g) 为 240~250。
- (2) 将 (1) 的乙醚萃取液在水浴上馏去乙醚，残留物在 105°干燥 1 小时后，测定熔点时 (第 2 法) 为 46~55°。
- 熔 点** 46~52° (第 2 法)。
- 酸 价** 1.0 以下 (第 1 法，5 g)。
- 酯 价** 115~125。
- 碘 价** 2 以下。
- 羟 价** 8 以下 (10 g)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加无水乙醇 10 ml，加温溶解时，液体是澄明的。
- (2) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- (3) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法配制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 1 法，5 g)。

二、化妆品用保湿剂

1. 丙 二 醇

Propyleneglycol



$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$: 76.10

本品为无色透明粘性液体，几乎无气味，稍带苦味。

- 确认试验** (1) 本品 1 ml，加硫酸氢钾 0.5 g 加热时，发出特异的香气。
(2) 本品 0.3 g 加吡啶 3 ml 和三苯氯甲烷 2.1 g，装上回流冷却器在水浴加热 1 小时。冷后，加温丙酮 60 ml 溶解，加活性炭 0.06 g 振荡混合后过滤。滤液在水浴上蒸发浓缩至约半量为止，冷却。滤取所析出的结晶，在 105° 干燥 30 分钟，测定熔点（第 1 法）为 174~178°。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 1.036~1.040（第 1 法）。
- 纯度试验** (1) 酸 本品 10 ml 加新煮沸的冷却水 50 ml，振荡混合，加酚酞试液 5 滴和 0.1 N 氢氧化钠液 0.30 ml 时，液体呈红色。
(2) 氯化物 取本品 2.0 g，进行试验时，其限度为 0.007% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。
(3) 重金属 适用甘油的纯度试验（6）。
(4) 砷 适用甘油的纯度试验（8）。
- 灼烧残分** 取本品约 10 g 于已知重量的坩埚中，精确称重，加热至沸腾后，停止加热，立即点火燃烧，冷后，用硫酸 1~2 滴润湿残留物，小心灰化至恒重为止，其限度在 0.05% 以下。
- 蒸馏试验** 95 V/V% 以上（第 2 法，184~190°）。

2. 双 丙 二 醇

Dipropylene Glycol

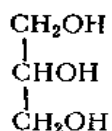
$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_3$: 134.17

本品主成分为双丙二醇（ $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_3$ ）。

- 性 状** 本品为无色透明的粘性液体，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 1 ml 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时，有特异的气味发生。
(2) 本品用红外吸收光谱测定法的液膜法测定时，可以认出在 2990 cm^{-1} ，1380 cm^{-1} ，1100 cm^{-1} ，990 cm^{-1} 和 860 cm^{-1} 的吸收。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 1.021~1.027（第 1 法）。

- 纯度试验** (1) 酸 本品 10 ml 加新煮沸的冷却水 50 ml 振荡混合, 加酚酞试液 5 滴和 0.1 N 氢氧化钠液 0.30 ml 时, 液体呈红色。
- (2) 氯化物 取本品 2.0 g, 试验进行时, 其限度在 0.007% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。
- (3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- (4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 1 法调制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。
- 水分** 0.5% 以下 (5 g)。
- 灼烧残分** 取本品约 10 g 置于已知重量的坩锅中精密称量。加热至沸腾后停止加热, 直接点火燃烧, 冷后, 残留物用硫酸 1~2 滴润湿, 细心灼烧至恒量时, 灼烧残分的限度在 0.05% 以下。
- 蒸馏试验** 95V/V% 以上 (第 2 法, 220~240°)。

3. 甘 油 Glycerin



$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$; 92.09

- 本品含甘油 ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) 84~87% (根据相对密度)。
- 性 状** 本品为无色透明粘性液体, 无气味, 有甜味。
- 确认试验** 本品 3 滴加硫酸氢钾 0.5 g 加热时, 有丙烯醛样的刺激臭发生。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 1.221~1.230 (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 色 取本品 50 ml 置于纳氏比色管, 从上方观察时, 液体的颜色, 不比如下的比较液深。
- 比较液: 取氯化铁色的比较原液 0.40 ml 置于纳氏管中, 加水至 50 ml。
- (2) 液性 本品 1.0 ml 加水 4 ml 振荡混合时, 液体呈中性。
- (3) 氯化物 取本品 7.0 g, 进行试验时, 其限度在 0.0013% 以下。比较液取 0.01 N 盐酸 0.25 ml。
- (4) 硫酸盐 本品 1.0 ml 加水 4 ml 振荡混合后, 加稀盐酸 3 滴和氯化钡试液 5 滴时, 液体无变化。
- (5) 氨 本品 5 ml, 加氢氧化钠溶液 (1→10) 5 ml 煮沸时, 发生的气体, 用润湿的石蕊试纸, 红色试纸不会变成蓝色。
- (6) 重金属 本品 5 g 加稀硝酸 2 ml 和水成为 50 ml, 以此作为试验溶液, 用第 4 法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。比较液取铅标准液 2 ml。
- (7) 钙 本品 1.0 ml 加水 4 ml, 振荡混合后, 加草酸铵试液 3 滴时, 液体

没有变化。

(8) 砷 本品 1.0 g 加水 25 ml 溶解，作为试验溶液。用装置 C 如法进行试验，其限度在 2 ppm 以下。

(9) 丙烯醛、葡萄糖及其它还原性物质 取本品 1.0 g 加氨水试液 1 ml，振荡混合，在水浴 60° 加温 5 分钟时，液体不呈黄色。此外，将它从水浴上取下后，立即加硝酸银试液 3 滴，振荡混合后，在暗处放置 5 分钟，液体不变色也不混浊。

(10) 挥发性脂肪酸和色素 本品 5 ml 加稀硫酸 5 ml 加温时，不发生败油性的气味，而且液体不呈黄色。

(11) 脂肪酸和脂肪酸酯 本品 50 g 加新煮沸后冷却的水 50 ml 和 0.1 N 氢氧化钠液 10 ml，正确量取后加入并煮沸 15 分钟，冷后，用 0.1 N 盐酸滴定时，其消耗量在 5 ml 以上（指示剂：酚酞试液 3 滴）。用同样方法作空白试验以进行修正。

(12) 硫酸呈色物 本品 5 ml，小心加入硫酸 5 ml，在 18~20° 平静地摇动混合后，在常温放置 1 小时，液体的颜色，不得深于 H 号比色液。

灼烧残分 精确称取本品 5 g 于重量已知的坩埚中，加热至沸腾后，停止加热，立刻点火燃烧。冷后，残留物用硫酸 1~2 滴润湿，小心灼烧至恒重，残留分限度，在 0.01% 以下。

4. 浓 甘 油

Glycerin Concentrated



$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$: 92.09

本品含甘油 ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) 在 95.0% 以上（根据相对密度）。

性 状 本品为无色透明粘性液体，无气味，有甜味。

确认试验 本品 3 滴加硫酸氢钾 0.5 g 加热时，发生丙烯醛样的刺激臭。

相对密度 d_{40}^{20} : 1.251 以上（第 1 法）。

纯度试验 (1) 色 本品 50 ml 置于纳氏比色管中，从上方观察时，液体的颜色不比如下比较液深。

比较液：纳氏管中放氯化铁色比较原液 0.40 ml，加水至 50 ml。

(2) 液性 本品 1.0 ml 加水 4 ml 振荡混合后，液体呈中性。

(3) 氯化物 取本品 7 g 进行试验时，其限度在 0.0013% 以下。比较液取 0.01 N 盐酸 0.25 ml。

(4) 硫酸盐 本品 1.0 ml 加水 4 ml 振荡混合后，加稀盐酸 3 滴和氯化钡试液 5 滴时，液体无变化。

(5) 氨 本品 5 ml，加氢氧化钠溶液 (1→10) 5 ml 煮沸时，发生的气体，用润湿的红色石蕊试纸接触，不变为蓝色。

(6) 重金属 本品 5 g 加稀硝酸 2 ml 和水成为 50 ml, 作为试验溶液, 用第 4 法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.5 ml。

(7) 钙 本品 1.0 ml 加水 4 ml, 振荡混合后, 加草酸铵试液 3 滴时, 液体没有变化。

(8) 砷 本品 1.0 g 加水 25 ml 溶解, 作为试验溶液。用装置 C 如法作试验, 其限度在 2 ppm 以下。

(9) 丙烯醛、葡萄糖及其它还原性物质 取本品 1.0 g 加氨水试液 1 ml, 振荡混合后在 60° 水浴上加热 5 分钟, 液体不呈黄色。将它从水浴取下, 加硝酸银试液 3 滴, 振荡混合后, 在暗处放置 5 分钟, 液体不变色也不混浊。

(10) 挥发性脂肪酸和色素 本品 5 ml 加稀硫酸 5 ml 加温时, 不产生败油性气味, 而且液体不呈黄色。

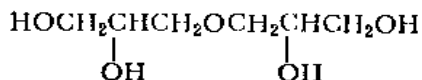
(11) 脂肪酸和脂肪酸酯 本品 50 g 加新煮沸冷却水 50 ml 和正确量入 0.1 N 氢氧化钠液 10 ml, 煮沸 15 分钟, 冷后, 用 0.1 N 盐酸滴定时, 其耗量在 5 ml 以上 (指示剂: 酚酞试液 3 滴)。用同样方法作空白试验进行修正。

(12) 硫酸呈色物 本品 5 ml, 小心加硫酸 5 ml, 在 18~20° 轻轻地摇动混合后, 在常温放置 1 小时, 液体的颜色, 不得深于 H 号比色液。

灼烧残分 精确称取本品 5 g, 置于已知重量的坩埚中, 加热至沸腾后, 停止加热, 立即点火燃烧, 冷后, 残留物用硫酸 1~2 滴湿润, 小心灼烧至恒重, 残分限度在 0.01% 以下。

5. 双 甘 油

Diglycerin



$\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_5$; 166.17

本品主成分为双甘油 ($\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_5$)。

性 状 本品为几乎无色~淡黄色的透明粘性液体, 几乎没有气味。

确认试验 本品 0.5 g, 加季戊四醇 0.5 g 和无水醋酸-吡啶混合液 (5:3) 16 ml, 装好回流冷却器, 在 140~150° 油浴中加热 1 小时。冷后, 取此液 1~3 μl , 作为试验溶液, 在下列操作条件下进行气相色谱法试验时, 本品的峰的相对保留时间对于季戊四醇的峰为 1.2~1.3。这里, 对应于季戊四醇的峰, 是取季戊四醇 0.5 g, 用同样的操作方法得到的液体作为试验溶液, 在同样的操作条件下按气相色谱法进行试验决定。

操作条件

检出器: 氢焰离子化检出器。

分离柱: 内径 3 mm, 管子长度 1~1.5 m, 使用气相色谱用聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30) 以 10% 的比例将 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土被覆, 用

这种被覆物充填管子。

分离柱温度：110~250°。在 110°将试料进样后，2 分钟后以 5~8°的比例开始升温。

载体气体及流速：氮，每分钟约 80 ml 的量。

相对密度 d_{20}^{20} ：1.275~1.285（第 1 法）。

纯度试验 (1) 色 取本品 50 ml 置于纳氏比色管，从上方观察时，液体的色不比下述的比较液浓。

比较液：氯化铁的色的比较原液 2.5 ml 和氯化钴的色的比较原液 0.3 ml，置于纳氏比色管，加水配成 50 ml。

(2) 酸或碱 本品 1.0 ml 加水 4 ml，在必要时在水浴中加热并好好摇动溶解后，加酚酞试液 2 滴时，液体不呈红色。在此液中加入 0.1 N 氢氧化钠液 0.30 ml 时，液体呈红色。

(3) 氯化物 取本品 2.0 g，试验进行时，其限度在 0.011% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.60 ml。

(4) 硫酸盐 取本品 1.0 ml 加水 4.0 ml 摇动混合，加稀盐酸 3 滴和氯化钡试液 5 滴时，液体没有变化。

(5) 重金属 取本品 5.0 g，按第 1 法操作，试验进行时，其限度在 5 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.5 ml。

(6) 钙 本品 1 ml 加水 4 ml 摇动混合，加草酸铵试液 3 滴时，液体没有变化。

(7) 砷 本品 1.0 g 加水 25 ml 溶解。以此作为试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

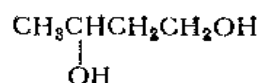
(8) 甘油 在确认试验所得的气相色谱中，若对应于季戊四醇的峰之前，认不出峰，或在甘油对应的位置（对季戊四醇对应的峰相对保留时间 0.35）有峰可以看出，按半值幅法求出的峰面积，为双甘油的峰面积的 1/10 以下。

水分 1.0% 以下 (1.0 g)。

灼烧残分 取本品约 5 g 置于重量已知的坩锅中精确称量，加热沸腾后，停止加热，立即点火燃烧，冷后，残留物用 1~2 滴硫酸润湿，小心强热至恒量为止。其限度在 0.01% 以下。

6. 1, 3-丁二醇

1, 3-Butylene Glycol



$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$; 90.12

性 状 本品为无色透明粘性液体，几乎无气味，稍有甜味。

确认试验 (1) 本品 1 ml 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时，有特异的香气发生。

(2) 本品 0.35 g 加吡啶 3 ml 和三氯甲烷 2.1 g, 装上回流冷却器在水浴上加热 1 小时。冷后, 加丙酮 60 ml 溶解, 加活性炭 0.06 g 振荡混合后过滤。滤液在水浴上蒸发浓缩至约半量, 冷却。滤取析出的结晶, 在 105°干燥 30 分钟, 测定熔点 (第 1 法) 为 164~173°。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.004~1.007 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 液体 本品的水溶液 (1→5) 为中性。

(2) 硫酸盐 取本品 2.0 g, 进行试验时, 其限度为 0.005% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.20 ml。

(3) 重金属 适用浓甘油的纯度试验 (6)。

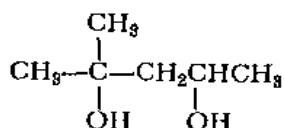
(4) 砷 适用浓甘油的纯度试验 (8)。

灼烧残分 本品约 10 g 精确称量于已知重量的坩埚中, 加热至沸腾后, 停止加热, 立即点火燃烧, 冷后, 残留物用硫酸 1~2 滴润湿, 灼烧至恒重为止, 其限度为 0.05% 以下。

蒸发试验 95 V/V% 以上 (第 2 法, 203~209°)。

7. 己二醇 (2-甲基-2, 4-戊二醇)

2-Methyl-2, 4-Pentanediol



$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$, 118.18

本品主要成分为己二醇 ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$)。

性 状 本品为无色透明稍带粘稠的液体, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.2 ml 加重铬酸钾试液 5 ml 和稀硫酸 1 ml 加热时, 有特异的气味产生。

(2) 本品 1 ml, 加过碘酸钾试液 3 滴和 1 N 硫酸 2 滴, 放置 5 分钟。然后加中和亚硫酸钠试液 5 滴, 进一步, 加品红亚硫酸试液 1~2 滴, 在常温放置 30 分钟时, 液体呈红色~红紫色。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.922~0.925 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 类缘物质 取本品 0.4 μl , 按下列操作条件进行气相色谱法试验时, 显示单一的峰, 看不到其它峰。

操作条件

检出器: 热传导度型检出器。

分离柱: 内径 3 mm、长度 1 m 的管子, 使用 149~177 μm 的气相色谱用硅藻土, 经酸洗并用二甲基氯硅烷处理后, 以 20% 的比例被覆聚乙二醇 20 M 后充填。

分离柱温度: 160°附近的一定温度。

载体气体及流量：氮，每分钟约 30 ml 的一定量。

(2) 酸 本品 10 g 加水 30 ml 摇动混合，再加酚酞试液 0.5 ml 和 0.01 N 氢氧化钠液 1.0 ml 时，液体呈红色。

(3) 重金属 取本品 5.0 g，按第 1 法操作，试验进行时，其限度为 5 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.5 ml。

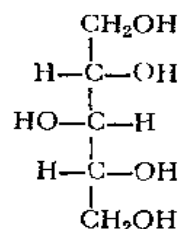
(4) 砷 本品 1.0 g 加水 25 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

水分 1.0% 以下 (5 g)。

灼烧残分 0.01% 以下 (第 2 法，5 g)。

8. 木 糖 醇

Xylitol



$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_5$, 152.15

本品干燥后定量时，木糖醇 ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_5$) 的含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末，没有气味，有甜味。

确认试验 (1) 在 1 ml 本品的水溶液 (7→10) 中，加硫酸亚铁试液 2 ml 及氢氧化钠溶液 (1→5) 1 ml 时，液体呈蓝绿色但不混浊。

(2) 在 5 g 本品中加盐酸及福尔马林的等容量混合液 10 ml 溶解，在 50° 下温热 2 小时，然后加乙醇 25 ml，滤取析出的结晶，加水 10 ml 加温溶解，加乙醇 50 ml 析出结晶后过滤，每次再用 50 ml 乙醇重结晶 2 次，将其在 105° 下干燥 2 小时后，测定熔点为 195~201° (第 1 法)。

熔点 93~95° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 在 5.0 g 本品中加水 10 ml 溶解时，液体无色透明。

(2) 酸 取本品 5.0 g 加新煮沸冷却的去离子水 50 ml 溶解，加 0.01 N 氢氧化钠液 0.60 ml 及酚酞试液 3 滴，液体呈红色。

(3) 氯化物 取本品 20 g 进行试验时，其允许范围在 0.005% 以下。用 0.01 N 0.30 ml 盐酸为比较液。

(4) 硫酸盐 取本品 4.0 g 进行试验时，其允许范围在 0.006% 以下。用 0.01 N 硫酸 0.50 ml 为比较液。

(5) 重金属 取本品 5.0 g，按第 1 法操作进行试验，其允许范围在 5 ppm 以下。用 2.5 铅标准液为比较液。

(6) 砷 取本品 1.5 g，按第 1 法配制试验溶液，然后用装置 A 依法进行试

验。其允许范围在 1.3 ppm 以下。

(7) 镍 在 0.5 g 本品中加 5 ml 水溶解，加丁二酮肟试液 3 滴及氨水试液 3 滴加热时，不立即呈现红色。但反应条件是在室温下放置 5 分钟。

(8) 糖类 将 10 g 本品放入烧瓶中，加 25 ml 水溶解，加稀盐酸 8 ml 装好回流冷凝器在水浴上加热 3 小时。冷却后，以甲基橙为指示剂用氢氧化钠试液中和后，加水至 100 ml。取该液 10 ml 加水 10 ml 及费林试液 40 ml，缓慢煮沸 3 分钟后，放置使氧化亚铜沉淀。将上面的清液用布氏漏斗形玻璃过滤器 (3 G 3) 过滤。烧瓶的沉淀用热水洗涤到洗液不呈碱性为止，用上面的玻璃过滤器过滤洗液。然后在烧瓶的沉淀中加硫酸铁试液 20 ml 溶解，用前面的玻璃过滤器将其过滤到另外的烧瓶中，用水洗涤前面的烧瓶及玻璃过滤器。洗液合并到滤液中，加热到 80℃，加 0.1 N 高锰酸钾液 1.0 ml 时，液体的红色不立即消失。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g，减压，五氧化磷，24 小时)。

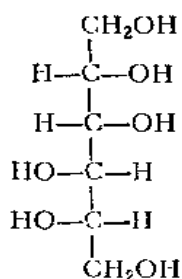
灼烧残分 0.1% 以下 (第 1 法，1 g)。

定量法 将本品干燥，精确称取约 0.2 g，加水溶解并加至 100 ml。取该液 10 ml 于碘量瓶中，准确加过碘酸溶液 (3→1000) 50 ml，再加硫酸 1 ml 在水浴上加热 15 分钟。冷却后，加碘化钾 2.5 g 密闭充分摇匀，在阴凉处放置 5 分钟，游离的碘用 0.1 N 的硫代硫酸钠液滴定 (指示剂：淀粉试液 1 ml)。用同样的方法做空白试验校正。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 1.9018 mg C₆H₁₂O₅

9. D-甘露糖醇

D-Mannitol



C₆H₁₄O₆; 182.17

本品干燥物定量时，D-甘露糖醇 (C₆H₁₄O₆) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶状粉末，无气味，有清凉甜味。

确认试验 (1) 将本品的水溶液 (1→5) 3 ml，倒入装有 1 ml 氯化铁试液的试验管中，再加入氢氧化钠试液 1.5 ml 时，产生黄色沉淀。强烈振荡混合时，此沉淀溶解成为黄色透明溶液，再追加氢氧化钠试液时，也不产生沉淀。

(2) 本品 0.5 g 加入醋酐 3 ml 和吡啶 1 ml，在水浴上加热并屡屡振动混合

使完全溶解。然后继续加热 5 分钟，冷却。在其中加水 20 ml，搅拌混合后放置 5 分钟。将生成的结晶滤出，用乙醚重结晶，测定其结晶熔点（第 1 法）为 120~125°。

熔 点 165~168°（第 1 法）。

pH 本品 5.0 g，加新煮沸后冷却的水 25 ml 溶解，溶液的 pH 为 5.5~6.5。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解，液体澄明。

(2) 重金属 适用山梨醇的纯度试验 (3)。

(3) 砷 适用山梨醇的纯度试验 (2)。

(4) 镍 适用山梨醇的纯度试验 (4)。

(5) 糖类 本品 0.50 g 加水 10 ml 和稀盐酸 2.0 ml，煮沸 2 分钟，冷后，加碳酸钠试液 5.0 ml，放置 5 分钟后，加费林试液 2.0 ml，煮沸 1 分钟时，并不立即产生橙黄色~红色沉淀。

干燥减量 0.3% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

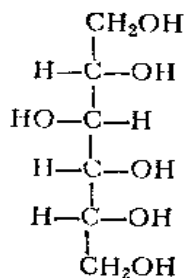
灼烧残分 0.02% 以下 (第 1 法, 5 g)。

定 量 法 适用山梨醇定量法。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 1.8217 mg C₆H₁₄O₆

10. 山 梨 醇

Sorbitol



C₆H₁₄O₆; 182.17

本品干燥物定量时，山梨醇 (C₆H₁₄O₆) 含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为白色颗粒、粉末或结晶性粉末，无气味，有清凉的甜味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (7→10) 1 ml，加硫酸亚铁试液 2 ml 和氢氧化钠溶液 (1→5) 1 ml 时，液体呈蓝绿色，不混浊。

(2) 本品的水溶液 (1→100) 1 ml 加新配制的儿茶酚溶液 (1→10) 1 ml，摇荡混合后，加硫酸 2 ml，摇荡混合，液体立即呈红紫色~紫红色。

纯度试验 (1) 溶状和液性 本品 5 g 加水 20 ml，在加温时摇荡混合使它溶解后，液体无色透明，呈中性。

(2) 砷 本品 1.0 g，加水 10 ml 溶解，以此作为试验溶液采用装置 C，按方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

(3) 重金属 本品 5 g 加水 25 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 5 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.5 ml。

(4) 镍 本品 0.5 g, 加水 5 ml 溶解, 加丁二酮肟试液 3 滴和氨水试液 3 滴, 加热时, 不立即呈红色。

(5) 糖类 取本品 10 g 置于烧瓶中, 加水 25 ml 溶解, 加稀盐酸 8 ml, 装上回流冷却器在水浴上加热 3 小时。冷后, 用甲基橙作指示剂, 以氢氧化钠试液中和后, 加水至 100 ml。取此液 10 ml, 加水 10 ml 和费林试液 40 ml, 慢慢煮沸 3 分钟后, 放置使氧化亚铜沉淀。将上澄液通过布氏漏斗形玻璃过滤器 (3 G₃) 过滤, 烧瓶内的沉淀用温水洗至洗液不呈碱性为止, 将洗液通过前述的玻璃过滤器过滤, 然后将烧瓶内的沉淀加硫酸铁试液 20 ml 溶解, 用前述的玻璃过滤器过滤到另一烧瓶中将前述的烧瓶和玻璃过滤器用水洗涤, 将洗液和滤液合并, 加热至 80°, 加 0.1 N 高锰酸钾液 20 ml 时, 液体的红色, 不立即消失。

干燥减量 2.0% 以下 (0.5 g, 减压, 80°, 3 小时)。

灼烧残分 0.02% 以下 (第 1 法, 5 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.2 g, 加水溶解, 成为 100 ml。取此液 10 ml 置于碘瓶中, 准确加入高碘酸钾溶液 (3→1000) 50 ml, 再加硫酸 1 ml, 在水浴上加热 15 分钟。冷后, 加碘化钾 2.5 g, 密塞后摇荡混合, 放置冷暗处 5 分钟, 游离出来的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 1.8217 mgC₆H₁₄O₆

11. 山梨醇液

Sorbitol Solution

C₆H₁₄O₆: 182.17

本品定量时, 山梨醇 (C₆H₁₄O₆) 含量相当于表示量的 97~103%。

性 状 本品为无色透明粘性液体, 无气味, 有清凉的甜味。本品有时有结晶性块状物析出。

确认试验 (1) 按照本品的表示量, 取相当于山梨醇 0.7 g 的量, 采用山梨醇的确认试验 (1) 进行试验。

(2) 按照本品表示量, 取相当于山梨醇 1 g 的量, 加水至 100 ml, 取此液 1 ml, 以下适用山梨醇的确认试验 (2)。

纯度试验 (1) 液性 本品为中性。

(2) 重金属 按照本品的表示量, 取相当于山梨醇 5 g, 按山梨醇纯度试验 (3) 进行试验。

(3) 镍 按照本品的表示量, 取相当于山梨醇 5 g, 按山梨醇纯度试验 (4)

进行试验。

(4) 砷 按照本品的表示量，取相当于山梨醇 10 g，按山梨醇纯度试验 (5) 进行试验。

(5) 糖类 按本品的表示量，取相当于山梨醇 10 g，按山梨醇纯度试验 (5) 进行试验。

灼烧残分 按本品的表示量，精确称取相当于山梨醇 5 g 的量，加热浓缩后，停止加热，立即点火燃烧，冷后，残留物加硫酸 1~2 滴润湿，灼烧至恒重为止。其限度在 0.02% 以下。

定量法 按本品的表示量，精确称取相当于 0.2 g 的山梨醇的量，加水至 100 ml，以下按山梨醇的定量法进行定量。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 1.8217 mgC₆H₁₄O₆

12. 鲨 肝 醇

Batyl Alcohol

C₂₁H₄₄O₃: 344.58

本品的主要成分为甘油的 α -单十八烷基醚 (C₂₁H₄₄O₃)。

性 状 本品为白色~微黄色的结晶性粉末，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.2 g 加磷酸 1.5 ml，加热至呈暗褐色为止，发生的气体用玻璃导入管通入装有约 1 ml 水的试验管水中。在此水溶液中加入过氧化氢试液 1 ml，振荡混合，放置约 1 分钟后，加盐酸 5 ml，平静地加入均苯三酚-乙醚溶液 (1→100) 5 ml 时，在交界面出现红色，水层从上方起逐渐呈现淡淡的红色。

(2) 本品 0.1 g 加稀释硫酸 (1→2) 2 ml 和重铬酸钾试液 1 滴，摇动混合并加温时，液体立即呈现绿色。

(3) 本品按红外吸收谱测定法的溴化钾錠剂法测定时，可以看出 1110 cm⁻¹ 处的吸收。

经 价 315~345。

熔 点 60~70° (第 2 法)。

纯度试验 (1) 酸 取本品 5.0 g，用中和的乙醇 30 ml 溶解，加 0.1 N 氢氧化钠液 1.0 ml 和酚酞试液 3 滴时，液体呈红色。

(2) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

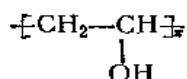
(3) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法配制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 1.0% 以下 (2 g，减压，硅胶，1 小时)。

灼烧残分 0.1% 以下 (第 1 法，2 g)。

13. 聚 乙 烯 醇

Polyvinyl Alcohol



本品为聚醋酸乙烯加水分解的产物，为乙烯醇（ $\text{CH}_2=\text{CHOH}$ ）的直链聚合物。

性 状 本品为白色～微黄色粉末，几乎没有气味，但稍有盐味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 5 ml，加温溶解冷却后，加碘试液 1 滴时，液体呈暗蓝色或红色。

(2) 本品 1 g 加水 5 ml，加温溶解冷却后，加乙醇 10 ml 时，有棉花状沉淀生成。

粘 度 本品在 105°干燥 3 小时，取 4.0 g 置于已知重量的烧杯中，加水 90 ml，搅拌并在水浴上加温溶解，冷却后，加水至 100.0 g，取其 50.0 g，在 3000 转/分的离心分离器中迴转 10 分钟，除去泡沫。进行粘度试验（第 1 法），其粘度为表示单位的 80～120%。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 2.0 g，在小火焰上小心加热炭化，冷后加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴，加热至产生白烟后，在 450～500°灼烧灰化。冷后，加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发至干涸，残留物加盐酸 1 滴润湿，加热水 10 ml 加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液至液体呈微红色，加稀醋酸 2 ml 后过滤，残留物用 10 ml 水洗涤。将洗液和滤液合并。在此液中加水至 50.0 ml，作为试验溶液。用第 4 法进行重金属试验时，其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 本品 2.5 g 加硝酸 20 ml，稍稍加热至呈流动状为止。冷后，加硫酸 5 ml，加热至褐色的烟没有为止。液体若不是无色～微黄色，则冷后每次加 2～3 ml 硝酸，加热至液体呈无色～微黄色为止。冷后加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热至产生白烟为止，冷后，加水至 25 ml，作为试验溶液。取试验溶液 10 ml，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 5.0% 以下（2 g，105°，3 小时）。

灼烧残分 1.0% 以下（第 2 法，1 g）。

14. 羧乙烯基聚合物

Carboxyvinylpolymer

本品为酸性高分子化合物，以丙烯酸聚合物为主。本品干燥后定量时，含羧基（ COOH ；45.02）为 57.7～63.4%。

性 状 本品为白色粉末，没有气味或稍有特殊的气味。

- 确认试验** (1) 取 0.5 g 本品分散到 100 ml 水中时, 就变成粘性的液体。
(2) 在 50 ml (1) 的溶液中, 边搅拌边加三乙醇胺溶液 (1→10) 10 ml 时, 就将变成强粘性的液体或胶体。
- 粘度** 将本品在 105°下, 干燥 3 小时, 取 0.4 g 加水 200 ml, 尽可能不进入气泡使其分散, 加氢氧化钠溶液 (18→100) 调到 pH 为 7.0~7.5, 静置 10 小时以上驱除气泡, 在 20°下进行试验 (第 2 法), 其粘度为 1.5 (2 号, 12 转, 30 秒)~40 (4 号, 12 转, 稳定) Pa·s。
- pH** 使 0.2 g 本品分散到 100 ml 新煮沸冷却的去离子水中, 该液的 pH 值为 2.5~4.0。
- 纯度试验** (1) 重金属 取本品 1.0 g, 用小火小心加热炭化, 冷却后, 加 2 ml 硝酸及 5 滴硫酸, 加热到产生白烟后, 用 450~500°高温灼烧炭化。冷却后, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸, 用 1 滴盐酸润湿残留物, 加热水 100 ml 加热 2 分钟。冷却后, 加 1 滴酚酞试液, 滴加氨水试液, 一直到溶液稍呈红色为止, 之后加稀醋酸 2 ml 过滤, 用 10 ml 水洗涤残留物, 将洗液合并到滤液中加水至 50 ml, 以此作试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。
(2) 砷 本品 2.5 g 慢慢加硝酸 20 ml, 小火加热到流动状态。冷却后, 加硫酸 5 ml, 一直加热到不产生褐色烟为止。再不时每次补加硝酸 2~3 ml, 继续加热, 直到溶液变成无色~微黄色为止。冷却后, 加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热到产生白烟, 冷却后, 加水至 25 ml, 取该液 10 ml 作为试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 7.0%以下 (2 g, 105°, 3 小时)。
- 灼烧残分** 0.20%以下 (第 1 法, 2 g)。
- 定量法** 将本品干燥, 准确称取约 0.1 g, 加稀二甲基甲酰胺溶液 (3→10) 100 ml 溶解, 用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液进行电位差滴定。
0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 4.502 mgCOOH

15. 聚乙二醇 200

Polyethylene Glycol 200

本品为环氧乙烷聚合物, 分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示, 其平均分子量为 190~210。

- 性状** 本品为几乎无色的透明粘性液, 稍有特异的气味。
- 确认试验** 取本品 0.05 g 加稀盐酸 5 ml 溶解, 加氯化钡试液 1 ml, 振荡混合, 必要时进行过滤, 滤液中加磷酸溶液 (1→10) 1 ml 时, 产生黄绿色沉淀。
- pH** 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml, 溶液的 pH 为 4.0~7.0。
- 纯度试验** (1) 酸 本品 5.0 g 加中和乙醇 20 ml 溶解, 加入 0.1 N 氢氧化钠液 0.20 ml 和酚酞试液 2 滴, 液体的颜色为红色。

(2) 环氧乙烷 精确称取本品 25.0 g (W_1), 放入通用塞瓶中, 加入吗啉试液 50 ml, 密塞后混合, 必要时加温使溶解。约在 30° 放置过夜后, 加醋酸酐 20 ml, 振荡混合, 在室温下放置 15 分钟。此液用 0.1 N 盐酸-甲醇液滴定, 耗量为 4 ml (电位差法)。用同样方法进行空白试验, 耗量 B ml。

另外, 精确称取本品 25.0 g (W_2), 加无水甲醇 50 ml 溶解后的液体, 用 0.1 N 盐酸-甲醇液滴定, 耗量为 C ml。从下式计算环氧乙烷的量, 应在 0.020% 以下。

$$\text{环氧乙烷含量}(\%) = 0.441 \times \left(\frac{A-B}{W_1} - \frac{C}{W_2} \right)$$

平均分子量试验 取邻苯二甲酸酐 42 g, 准确量取新蒸馏的吡啶 300 ml 投入 1 L 的遮光的通用塞瓶内, 强烈振荡使溶解, 放置 16 小时以上。正确量取此液 25 ml, 置于容量约 200 ml 的通用塞瓶中, 事先精确称取本品 0.3 g, 加入瓶中后密塞, 用牢固的布将它包好, 浸入事先加温至 $98 \pm 2^\circ$ 的水浴中。此时瓶中的液体应浸没在水浴中。在 $98 \pm 2^\circ$ 保持 30 分钟后, 将瓶从水浴上取下, 在空气中放冷至室温。然后准确量取 0.5 N 氢氧化钠液 50 ml 加入瓶中, 然后再将此液用 0.5 N 氢氧化钠液滴定。[指示剂: 酚酞-吡啶溶液 (1→100) 5 滴]。滴定的终点, 为液体保持淡红色 15 秒钟为准。用同样的方法进行空白试验。

$$\text{平均分子量} = \frac{\text{试料的量}(g) \times 4000}{a - b}$$

a : 空白试验 0.5 N 氢氧化钠液的消耗量 (ml)。

b : 用试料试验时 0.5 N 氢氧化钠液的消耗量 (ml)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

16. 聚乙二醇 300

Polyethylene Glycol 300

本品为环氧乙烷聚合物, 分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示, 其平均分子量为 280~320。

性状 本品为几乎无色的透明粘性液, 稍有特异的气味。

确认试验 适用聚乙二醇 200 的确认试验。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml, 溶液的 pH 为 4.0~7.0。

纯度试验 (1) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。

(2) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。

平均分子量试验 适用聚乙二醇 200 的平均分子量试验。但是, 需精确称量本品约 1.5 g。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

17. 聚乙二醇 400
Polyethylene Glycol 400

本品为环氧乙烷聚合物，分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示，平均分子量为 380~420。

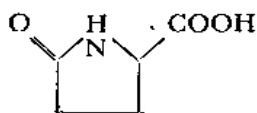
- 性 状** 本品为几乎无色的透明粘性液，稍有特异的气味。
- 确认试验** 适用聚乙二醇 200 的确认试验。
- pH** 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml，溶液的 pH 为 4.0~7.0。
- 纯度试验** (1) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。
(2) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。
- 平均分子量试验** 适用聚乙二醇 200 的平均分子量试验。但是，需精确称量本品约 1.5 g。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 1 法，1 g)。

18. 聚乙烯吡咯烷酮
Polyvinylpyrrolidone

本品为乙烯吡咯烷酮的直链聚合物。本品干燥物定量时，氮(N: 14.01)含量为 12.0~12.7%。

- 性 状** 本品为白色~微黄色粉末，稍有特异气味，几乎无味。
- 确认试验** 本品 0.1 g 加水 10 ml 溶解，加氨水至呈碱性后，加刚果红溶液 (1→10000) 5 ml 和正丁醇 5 ml，摇荡混合后放置时，水层中残留刚果红的红色。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚乙烯醇的纯度试验 (1)。
(2) 砷 在本品 1.0 g 中，加饱和硝酸镁溶液 1 ml，用小火焰小心加热，然后，在 450~500° 灼烧至灰化为止。残留物加硫酸 2 ml，加热至产生白烟为止。冷后，加饱和草酸铵溶液 0.5 ml，再加热至产生白烟为止。冷后，加水 10 ml 溶解，以此作为试验溶液。用装置 C 按方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 5.0% 以下 (2 g, 105°, 3 小时)。
- 灼烧残分** 0.05% 以下 (第 2 法，2 g)。
- 定量法** 将本品干燥，约取其 0.02 g 精密称量，用氮定量法 (第 1 法) 进行试验。
 $0.01 \text{ N 硫酸 } 1 \text{ ml} = 0.14007 \text{ mgN}$

19. DL-吡咯烷酮羧酸
DL-Pyrrolidonecarboxylic Acid



$C_5H_7NO_3$, 129.12

本品干燥时, DL-吡咯烷酮羧酸 ($C_5H_7NO_3$) 含量为 97.0~103.0%。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 将本品约 0.5 g 加氢氧化钠溶液 (9→100) 5 ml, 一起放入封管中, 在 180℃ 加热 30 分钟。冷却后, 将封管中的内容物取出, 加稀释盐酸 (1→5) 中和, 加水合茚三酮试液 1 ml, 加热 3 分钟时, 液体呈红紫色。
(2) 取本品水溶液 (0.2→10) 5 μl 在薄层板上作斑点, 展开溶媒使用 (4:1:1) 的正丁醇、冰醋酸和水的混合液, 进行薄层色谱法试验。薄层板用碘化钾淀粉试液喷雾时, 可以认出单一的紫色斑点。
(3) 将本品的水溶液 (1→10) 以层长 200 mm 进行旋光度测定时, 见不到有旋光性。

熔 点 179~183° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加氢氧化钠试液 10 ml, 加热溶解时, 液体无色, 几乎澄明。
(2) 氯化物 本品 0.25 g 加氢氧化钠试液 1 ml, 灼烧灰化后, 加水 20 ml 溶解, 加酚酞试液 1 滴, 加稀硝酸至液体的红色消失, 再加稀硝酸 10 ml 和水至 50 ml。以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.07% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.50 ml。
(3) 硫酸盐 本品 0.80 g 加稀盐酸 6 ml 和水至 40 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.030% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.50 ml。
(4) 重金属 本品 1.0 g 加稀醋酸 2 ml 以下和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
(5) 砷 本品 1.0 g 加稀释盐酸 (1→5) 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.3% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.2 g, 按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.1 N 硫酸 1 ml = 12.912 mg $C_5H_7NO_3$

20. DL-吡咯烷酮羧酸钠溶液

Sodium DL-Pyrrolidonecarboxylate Solution

$C_5H_6NNaO_3$: 151.10

本品为 DL-吡咯烷酮羧酸钠的 50% 水溶液。本品定量时, DL-吡咯烷酮羧酸钠 ($C_5H_6NNaO_3$) 的含量为 48.0~52.0%。

性 状

本品为无色透明液体, 无气味。

确认试验

- (1) 本品呈钠盐的定性反应。
- (2) 适用 DL-吡咯烷酮羧酸的确认试验。

相对密度

d_{20}^{20} : 1.260~1.300 (第 1 法)。

纯度试验

- (1) 液性 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解的液体呈中性。
- (2) 氯化物 本品 0.25 g 加稀硝酸 10 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度在 0.07% 以下。这里, 比较液取用 0.01 N 盐酸 0.50 ml。
- (3) 硫酸盐 适用 DL-吡咯烷酮羧酸的纯度试验 (3)。
- (4) 重金属 适用 DL-吡咯烷酮羧酸的纯度试验 (4)。
- (5) 砷 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

定 量 法

精确称取本品约 0.6 g, 按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。

$0.1\text{ N 硫酸 } 1\text{ ml} = 15.110\text{ mg } C_5H_6NNaO_3$

21. 藻 酸 钠

Sodium Alginate

本品为褐藻类 (*Phaeophyceae*) 用稀碱液提取, 精制后的碳水化合物钠盐。

性 状

本品为白色~略带黄白色的粉末成颗粒, 稍有特异的气味, 几乎没有味道。

确认试验

- (1) 本品 0.2 g 加 20 ml 水溶解, 变成带粘性的液体。
- (2) 取 5 ml (1) 液体, 加 1 ml 氯化钙试液时, 立即产生冻状白色沉淀。
- (3) 取 10 ml (1) 液体加稀硫酸 1 ml 时, 产生重的白色冻状沉淀。

纯度试验

(1) 溶性 取高度为 250 mm、内径 25 mm, 厚为 2 mm 的玻璃圆筒, 其筒底厚为 2 mm 的优质玻璃板密封, 以此为外管, 取高为 300 mm, 内径为 15 mm, 厚为 2 mm 玻璃圆筒, 筒底亦用 2 mm 厚的优质玻璃板密封, 以此为内管。称取本品 1.0 g, 加 100 ml 水溶解后, 将此溶液倒入外管中。再用黑墨水在白纸上画 15 条宽 1 mm 间隔 1 mm 的平行线。将套管放在这张画有黑线的纸上, 上下移动内管并从上部观察, 直到无法判别纸上的黑线条时为止, 测定外管底部到内管下端液体的高度。如此重复操作 3 次取其平均

值。再用比较液同样操作，取其平均值。实测值要大于比较液值。

比较液：在 7 ml 0.01 N 硫酸中，加稀盐酸 1 ml、乙醇 5 ml，再加水至 50 ml。在此溶液中加入 2 ml 氯化钡溶液充分振荡，放置 10 分钟。此液在使用时还要振摇。

(2) 碱 在 0.5 g 本品中，加水 50 ml 溶解作为试验溶液。取试验溶液 10 ml，加酚酞指示剂 4 滴，此时溶液不得显淡红色。

(3) 硫酸盐 取 (2) 试验溶液 10 ml，加盐酸 1 ml 振荡混合，在水浴上加热到产生絮状沉淀为止。冷却后，用 3000 转/分离离心机分离 5 分钟，倾出上部澄清液。将沉淀每次用 10 ml 水洗涤 3 次，每次和上边一样进行离心分离。将洗液和前面的澄清液合并在一起，加水至 50 ml。取此溶液 10 ml 再加水至 50 ml，以此作试验溶液进行试验，其允许范围在 0.96% 以下。取 0.40 ml 0.01 N 硫酸溶液为比较液。

(4) 淀粉 在 5 ml (2) 试验溶液中，加 1 滴碘液，此时溶液不得显蓝色。

(5) 明胶 在 5 ml (2) 试验溶液中，加钼酸铵溶液 (1→20) 1 ml，在 5 分钟之内不产生沉淀。

(6) 砷 在 2.5 g 本品中，慢慢加硝酸 20 ml 后，微火加热到成为流动状态。冷却后，加 5 ml 硫酸，加热到没有褐色烟冒出为止。冷却后，加饱和的草酸铵溶液 15 ml，加热到产生白烟。并不时每次补加 2~3 ml 硝酸，继续加热到液体变成无色~微黄色为止。冷却后，加水到 25 ml 作为试验溶液。取该试验溶液 10 ml 用装置 C 依法进行试验。其允许范围在 2 ppm 以下。

(7) 铅 在 2.0 g 本品中，加硝酸 20 ml，边充分振荡边注意加热溶解，进一步加热浓缩液体到 7 ml 为止，将其急骤冷却至室温，加水至 100 ml。将该溶液 50 ml 作为试验溶液进行试验，其允许范围在 8 ppm 以下。

干燥减量 在 15.0% 以下 (5 g, 105°, 4 小时)。

灼烧残分 32.0~38.0% (第 1 法, 1 g, 干燥后)。

22. 藻酸丙二醇酯 Propyleneglycol Alginate

本品以 1, 2-丙二醇的藻酸酯为主。

性 状 本品为白色~略带黄的白色粉末，没有气味。

确认试验 (1) 本品 1.0 g 加 100 ml 水溶解时，变成粘性液体。在 5 ml 该溶液中，加 5 ml 醋酸铅溶液时，立即形成冻胶状凝固。

(2) 在 10 ml (1) 试液中，加氢氧化钠试液 1 ml，在水浴上加热 5 分钟，冷却后，加稀盐酸 1 ml，此时立刻出现冻胶凝固。

(3) 在 1 ml (1) 试液中，加水 4 ml，剧烈振荡时，连续产生泡沫。

(4) 在 10 g 本品中加入氢氧化钠试液 100 ml，在水浴上加热 1 小时后，将大部分水在减压下蒸除。冷却后，在残留物中加稀盐酸 50 ml，充分振荡后，用

3000 转/分离离心机分离。将上层澄清液每次用 30 ml 乙醚抽提 10 次, 合并抽提液, 用约 10 g 无水硫酸钠脱水, 过滤后蒸除乙醚。取残留物 0.3 g 加吡啶 3 ml 及三苯氯甲烷 2.1 g, 装好回流冷凝管在水浴上加热 1 小时, 冷却后加温热的丙酮 60 ml 溶解, 加活性炭 0.06 g 振摇过滤。将滤液在水浴中蒸发浓缩至一半, 在 5℃ 下放置一夜。滤取生成的结晶, 在 105° 下干燥 1 小时后, 测其熔点 (第 1 法) 为 173~179°。

纯度试验 (1) 溶解性 允许用藻酸钠纯度试验 (1)。

(2) 砷 允许用藻酸钠纯度试验 (6)。

(3) 铅 允许用藻酸钠纯度试验 (7)。

(4) 不溶性灼烧残留物 将本品干燥后, 精确称取约 1 g, 放入坩埚中, 开始缓慢地加热, 然后慢慢升高温度, 在 350~400℃ 下灼烧 2 小时, 将其完全炭化。冷却后, 将炭化物用玻璃捣碎, 连同坩埚一起放入烧杯中, 加水 50 ml 后, 加 0.1 N 硫酸 20 ml 浸没坩埚。在水浴上加热 1 小时后, 过滤, 用热水充分洗涤烧杯、坩埚及滤纸中残留物, 一直洗至洗液使蓝色石蕊试纸不变红为止。然后将残留物干燥, 灼烧至恒重。其允许范围在 1.5% 以下。

干燥减量 在 15.0% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

23. 蜂 蜜

Honey

本品为从欧洲蜜蜂 (*Apis mellifera* linne) 或东亚蜜蜂 [*Apis indica* Radoszkowski (*Apidae*)] 蜂巢上采收的甜味物质。

性 状 本品为淡黄色~黄褐色粘性液体, 通常是透明的, 但往往有结晶生成。本品有特异的气味, 味甜。

相对密度 本品 50.0 g 加水至 100 ml 的混合液, 相对密度为 d_{20}^{20} , 1.111 以上 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 酸 本品 10 g 加水 50 ml 混合, 加酚酞试液 2 滴, 用 1 N 氢氧化钾液滴定时, 其消耗量在 0.5 ml 以下。

(2) 硫酸盐 本品 1.0 g 加水 2.0 ml 混合后过滤, 滤液加稀硝酸 1 ml, 再加氯化钡试液 2 滴时, 液体不马上变化。

(3) 氨水呈色物 本品 1.0 g 加水 20 ml 混合后过滤, 滤液加氨水试液 2 ml 时, 液体不马上变化。

(4) 间苯二酚呈色物 本品 5 g 加乙醚 15 ml 混合后过滤, 蒸发除去乙醚。残留物加间苯二酚试液 1~2 滴时, 即使残留物和液体呈黄红色, 但黄红色~红紫色不持续到 1 小时以上。

(5) 淀粉和糊精 (i) 本品 7.5 g 加水 15 ml 混合, 在水浴上加热, 加鞣酸试液 0.5 ml, 冷后过滤。在滤液 1.0 ml 中加盐酸 2 滴, 加无水乙醇 1.0 ml 时, 液体不混浊。(ii) 本品 2.0 g 加水 10 ml, 在水浴上加温混合, 冷后, 取此液 1.0 ml, 加碘试液 1 滴振荡混合时, 液体不呈蓝色、绿色或红褐色。

(6) 异物 取本品 1.0 g 加 2.0 ml 水混合后, 离心分离, 将得到的沉淀物在显微镜下检验, 除花粉以外, 无其它异物。

24. 黄 蓍 胶

Tragacanth

本品为黄蓍 [*Astragalus gummi* Labillardiere (*Leguminosae*)] 或其同属植物干中取得的分泌物。

- 性 状** 本品为白色~淡黄色半透明角质样弯曲平板或薄片, 或为粉末, 无气味。
- 确认试验** (1) 本品 1 g 加水 50 ml 后发生膨胀, 膨胀后再搅拌混合时, 产生几乎质量均匀的稍稍混浊的粘性液体。
(2) 本品粉末, 滴加稀的碘液后在显微镜上检验时, 可看出有少数呈蓝色的淀粉粒子。
- 纯度试验** 刺梧桐胶 本品 1.0 g 加水 20 ml, 煮沸后成为粘性液, 加盐酸 5 ml, 再煮沸 5 分钟时, 液体不呈淡红色~红色。
- 灼烧残分** 4.0% 以下 (第 3 法, 2 g)。

25. 阿拉伯树胶

Acacia

本品是由 *Acacia senegal* Willdenow (*Leguminosae*) 或其同属植物的干枝得到的分泌物, 产于阿拉伯。

- 性 状** 本品为无色~淡黄色透明或稍乳浊的球状块或碎片。其表面有许多裂纹, 易碎, 其碎面往往象玻璃那样有光彩出现。本品没有臭味, 有特殊的气味。
- 确认试验** 在 10 ml 本品水溶液 (1→50) 中, 加 0.2 ml 稀释醋酸铅溶液时, 立即产生白色絮状沉淀。
- 纯度试验** (1) 不溶物 取本品粉末 5 g, 加水 100 ml 及稀盐酸 10 ml, 边振荡边煮沸 15 分钟, 用已知重量的坩埚形玻璃过滤器 (1 G 3) 带温吸滤, 残留物用热水洗涤, 然后连同坩埚形玻璃过滤器一起在 105° 下烘至恒重, 其重量在 10 mg 以下。
(2) 含丹宁胶质 在 10 ml 本品水溶液 (1→50) 中, 加 3 滴氯化铁试液时, 液体不出现暗绿色。
- 干燥减量** 15.0% 以下 (10 g, 105°, 7 小时)。
- 灼烧残分** 4.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。
- 酸不溶物** 在灼烧残分中加 25 ml 稀盐酸, 煮沸 5 分钟, 用定量分析滤纸 (5 种 C) 过滤, 将不溶物用热水洗涤后, 灼烧至恒重称量, 其允许范围在 0.5% 以下。
- 灼烧灰分**

三、化妆品用胶质增稠剂

(一) 有机胶质增稠剂

1. 明 胶

Gelatin

本品以动物的骨、皮、韧带或筋为原料，用酸或碱处理所得的粗胶原，再用水加热抽提制得的产品。

性 状

本品为无色~淡黄色薄片、细片、粒子或粉末，无气味、无味。

确认试验

(1) 本品的水溶液 (1→100) 5 ml，滴加三氧化铬试液时，产生沉淀。

(2) 本品的水溶液 (1→5000) 5 ml，滴加鞣酸试液时，液体产生混浊。

纯度试验

(1) 溶状 本品 1.0 g 加水 40 ml，加热溶化时，液体几乎澄明，液体的颜色不比 A 号比色液深。

(2) 亚硫酸盐 将本品 20 g 置于圆底烧瓶中，加热水 150 ml 溶解，加硅氧烷树脂 3~5 滴，磷酸 5 ml 和碳酸氢钠 1 g，立即装上冷却器，在受器中加入 50 ml 碘试液，将冷却器的先端浸入此液中，进行蒸馏，直至蒸出馏液 50 ml 为止，滴加盐酸到馏液中使馏液呈酸性，加氯化钡试液 2 ml，在水浴上加热，碘试液的颜色消失时，滤取沉淀，将沉淀水洗，灼烧，其残留物量在 4.5 mg 以下。用同样的方法进行空白试验以作修正。

(3) 重金属 适用羧甲基纤维素的纯度试验(7)。但是试料 0.5 g，其限度在 50 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.5 ml。

(4) 砷 在烧杯中取本品 15.0 g，加稀释盐酸 (1→5) 60 ml，加热溶解，加溴试液 15 ml，加热，除去过量的溴，加氨水试液至呈中性，加磷酸氢二钠 1.5 g 后放冷，加镁试液 30 ml，放置 1 小时，滤取沉淀，用稀释的氨水试液 (1→4) 每次 10 ml 洗涤 5 次，加稀释盐酸 (1→4) 溶解，准确加至 50 ml。取此液 5 ml，采用装置 A，按方法进行试验时，其限度在 1 ppm 以下。

标准色：用砷标准液 1.5 ml 代替本品，进行同样的操作。

干燥减量

15.0% 以下。将海砂 10 g 在 110° 干燥 3 小时加到重量已知的 200 ml 烧杯中。精确称取本品约 1 g，加于烧杯内，加水 20 ml，屡屡搅拌混合，在屡屡搅拌下放置 30 分钟，在水浴上蒸发干涸后，在 110° 干燥 3 小时。

灼烧残分

2.0% 以下 (第 1 法，2 g)。

2. 紫 胶

Shellac

本品为紫胶虫 [*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)] 的分泌物经精制而得。

性 状 本品为淡黄白色~暗褐色粒状或鳞片状固体，硬而脆，无气味，或稍有特异的气味。

酸 价 60~90 (第 1 法, 1 g)。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 2.0 g, 小心用小火加热, 在 500~600°炭化。冷后, 加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴, 加热至冒出白烟为止。在 450~500°灼烧炭化。冷后, 加盐酸 2 ml 在水浴上蒸发干涸, 残留物用盐酸 1 滴润湿, 加热水 10 ml, 加温 2 分钟。冷后, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液至液体呈微红色后, 加稀醋酸 2 ml, 过滤, 残留物用水 10 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水至 50 ml, 作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g, 加硝酸镁-乙醇溶液 (1→50) 10 ml, 将乙醇点火燃烧, 慢慢加热灰化。如果使用此法后尚有炭化物残留, 则用少量硝酸湿润残留物, 再次加热灰化。冷后, 残留物加盐酸 3 ml, 在水浴上加热溶解。以上作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

(3) 乙醇不溶物 取本品 5.0 g, 加乙醇 50 ml, 在水浴上摇荡混合使溶解。将预先在 105°干燥 3 小时的已知重量的圆筒滤纸装入索氏抽提器, 然后将本品的乙醇溶液小心倒入。用乙醇抽提 3 小时后, 残留物和圆筒滤纸一起取出, 在 105°干燥 3 小时, 残留物的限度, 在 2% 以下。

(4) 松香 取本品 2.0 g 加无水乙醇 10 ml, 摇荡混合使溶解, 并在摇荡混合下慢慢加石油醚 50 ml, 必要时过滤, 将此液用水洗涤 2 次, 每次用水 50 ml, 取其上层液, 过滤, 滤液在水浴上蒸发干涸。残留物用 (1:2) 的苯酚和四氯化碳混合液 2 ml 溶解, 滴入滴板的坑洼内, 其相邻的坑洼用 (1:4) 的溴和四氯化碳的混合液充满, 立即用一块表面皿将两个坑洼盖住, 放置后, 溶有残留物的液体, 在 1 分钟以内不呈现紫色或蓝色。

(5) 蜡 取本品 10 g, 加碳酸钠溶液 (1→100) 150 ml, 在水浴上摇荡混合使溶解, 再加热 2 小时。冷后, 滤取浮游的蜡, 将蜡和滤纸用水洗涤后一起置于烧杯中, 在 65°干燥直到几乎无水分为止。将蜡和滤纸一起放入索氏抽提器的圆筒滤纸内。烧杯中则倒入适量的氯仿, 加温使蜡溶解, 倒入前面的圆筒滤纸内, 用氯仿抽提 2 小时。将氯仿液蒸发干涸, 残留物在 105°干燥 3 小时, 其量在 20 mg 以下。

干燥减量 6.0% 以下 (1 g, 40°, 4 小时, 然后用无水氯化钙, 15 小时)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 1 g)。

3. 角叉菜胶

Carrageenan

本品是从红藻类(*Rhodophyceae*)提取精制后的碳水化合物, 本品主要由半乳糖及其硫酸酯的钠盐、钾盐组成。

性 状 本品为白色~淡黄褐色的粉末, 没有气味及味道。

确认试验 (1) 在 1 g 本品中加 100 ml 水, 充分搅拌混匀成均一的粘性液体, 将其作为试验溶液。取试验溶液 2 ml 于试管中, 慢慢沿管壁加蒽酮试液 1 ml 堆积成层, 此时其交界面呈蓝色~绿色。

(2) 在 25 ml (1) 的试验溶液中加入水 25 ml, 充分搅拌混匀, 加氢氧化钠溶液(1→5)10 ml, 在水浴上加热 1 小时, 加稀盐酸中和后, 加氯化钡试液 10 ml 加热, 放置冷却后, 产生白色沉淀。

pH 在 1.0 g 本品中加新煮沸冷却后的去离子水 100 ml 溶解, 其溶液的 pH 值为 6.5~9.5。

纯度试验 (1) 铅 在 2.0 g 本品中加硝酸 20 ml, 充分摇匀, 小心加热溶解, 再加热将溶液浓缩到 7 ml, 将其急冷至室温, 加水至 100 ml, 取 50 ml 该液作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 8 ppm 以下。

(2) 砷 在 2.5 g 本品中慢慢加硝酸 20 ml, 微火加热变成流动状。冷却后, 加硫酸 5 ml, 加热到褐色的烟没有了为止。冷却后, 不时每次补加硝酸 2~3 ml 继续加热到液体变成无色~微黄色为止。冷却后, 加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热到产生白烟。冷后加水至 25 ml 作为试验溶液。取试验溶液 10 ml 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

干燥减量 10.0%以下 (1 g, 105℃, 2 小时)。

4. 甲基纤维素

Methyl Cellulose

本品为纤维素的甲醚。本品干燥物定量时, 甲氧基(-OCH₃:31.03)含量为 26.0~33.0%。

性 状 本品为白色~类白色的无晶或纤维状粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加水 100 ml 时, 产生膨润, 变为粘性液体, 液体澄明而稍带混浊。取此液 10 ml, 加饱和氯化钠溶液 4 ml 或乙醇 8 ml 时, 不产生沉淀。

(2) 本品 1 g 加水 100 ml 加温时, 液体产生白浊化, 煮沸时生成沉淀。将它冷却时, 沉淀溶解。

粘 度 本品在 105°干燥 1 小时, 取其 2.0 g, 置于已知重量的烧杯中, 加 80~90°水 95 ml, 不断搅拌 10 分钟后, 冷却使试料溶解, 加水至 100.0 g。取其 50 g, 在离心分离机中以 3000 转/分迴转 10 分钟, 除去泡沫进行试验 (第 1

法) 时, 其粘度在 $10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ (100 cSt) 以下者, 为表示单位的 80~120%; 超过 $10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ (100 cSt) 者, 为表示单位的 70~140%。

纯度试验 (1) 溶状 适用藻酸钠纯度试验 (1)。在这里, 取本品 1.0 g 加温水 100 ml, 摇荡混合, 在混合时冷却。放置于冷处直至达到均匀糊状为止, 放入仪器的外管中进行试验。比较液取用 0.01 N 硫酸 4.0 ml。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 小心用小火加热炭化后, 在 $450 \sim 500^\circ$ 灼烧灰化。残留物加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发至干涸。以下按照羧甲基纤维素钠的纯度试验 (6) 的“将残留物用盐酸 1 滴润湿”以后的操作进行。

(3) 砷 适用藻酸钠的纯度试验 (6)。

(4) 羧甲基纤维素 本品 1.0 g 加温水 100 ml 搅拌混合后, 在摇荡混合下冷却, 放置冷处至呈均匀糊状。取此液 40 ml, 在摇荡混合下加热至沸腾, 马上用保温漏斗过滤, 冷却后作为试验溶液。取试验溶液 3 ml 加硫酸铜试液 1 ml 时, 不产生沉淀。

(5) 淀粉 取 (4) 的试验溶液 10 ml, 加碘试液 1 滴时, 不呈蓝色。

干燥减量 5.0% 以下 (1 g, 105° , 1 小时)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取其 2.5 mg, 按甲氧基定量法进行试验。

0.01 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 0.05172 mg ($-\text{OCH}_3$)

5. 羧甲基纤维素钠

Sodium Carboxymethyl Cellulose

本品为纤维素的多羧甲基醚的钠盐。

性状 本品为白色~类白色粉末、颗粒或纤维状物, 没有气味。

确认试验 (1) 将本品制成粉末, 取 1 g 加热水 50 ml 搅拌溶解时, 就变为粘性液体。
(2) 在 30 ml (1) 的冷溶液中, 加盐酸 3 ml 时, 产生白色的沉淀。过滤后, 滤液呈钠盐的定性反应。

(3) 在 10 ml (1) 的冷溶液中, 加氯化钡试液 10 ml, 此时产生白色的微细沉淀。

(4) 在 1 ml (1) 的冷溶液中加水至 10 ml。取该液 1 滴, 加铬变酸 (1,8-二羟基萘-3,6-二磺酸) 试液 0.5 ml, 在水浴上加热 10 分钟, 此时溶液呈紫红色。

纯度试验 (1) 溶状 适用“藻酸钠”的纯度试验 (1)。但比较液中, “7 ml 0.1 N 硫酸”改用“5.5 ml 0.01 N 硫酸”。

(2) 碱 适用“藻酸钠”的纯度试验 (2)。

(3) 氯化物 在 10 ml (2) 的试验溶液中, 加稀硝酸 10 ml 摇匀, 在水浴上加热至产生絮状沉淀为止。冷却后, 用每分钟 3000 转的离心机离心分离。取出上面澄清液, 其沉淀每次用 10 ml 水洗涤, 每回与前边一样进行离心分

离。将洗液合并到上面的澄清液中，加水至 200 ml。取该液 50 ml 进行试验，其允许范围在 0.64% 以下。用 0.45 ml 0.01 N 盐酸为比较液。

(4) 硅酸盐 准用“藻酸钠”的纯度试验(3)。

(5) 硅酸盐 取 1.0 g 本品于白金坩锅中，用小火小心加热，炭化后用 450~500° 高温灼烧灰化，冷却后，加稀盐酸 20 ml，用表面皿盖好轻轻煮沸 30 分钟，取下表面皿在水浴上加热蒸干。再继续加热 1 小时，然后加热水 10 ml 充分搅拌混匀，用定量分析滤纸(5 种 C) 过滤。残留物用热水洗涤，一直洗到在洗液中加硝酸银试液不混浊时为止。连同滤纸一起干燥，然后再灼烧至恒重。其允许范围在 1.5% 以下。

(6) 重金属 取本品 1.0 g，用小火小心加热灰化。冷却后，加硝酸 2 ml 及硫酸 5 滴，加热到产生白烟后，用 450~500° 高温灼烧灰化，冷却后，加盐酸 2 ml 在水浴上蒸发干涸，用 1 滴盐酸润湿残留物，加热水 10 ml 加热 2 分钟。冷却后，加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液一直到溶液稍呈红色为止。然后加稀醋酸 2 ml 过滤，用 10 ml 水洗涤残留物，洗液合并到滤液中并加水至 50 ml，以此作试验溶液按第 4 法进行试验，其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准溶液为比较液。

(7) 砷 在 2.5 g 本品中缓缓加硝酸 20 ml，微火加热至流动状。冷却后，加硫酸 5 ml，加热到不产生褐色烟为止。冷却后，不时每次补加硝酸 2~3 ml，继续加热到液体变成无色~微黄色为止。冷却后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热到产生白烟。冷后加水至 25 ml 作为试验溶液。取试验溶液 10 ml，用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 2 ppm 以下。

(8) 淀粉 在 5 ml (1) 的试验溶液中，加 1 滴碘液时，溶液不呈蓝色。

干燥减量 10.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

6. 乙基纤维素

Ethyl Cellulose

本品是纤维素的乙基醚。干燥后定量时，乙氧基 (OC_2H_5 ; 45.06) 含量为 43.0~50.0%。

性 状 本品为白色的无晶形粉末，几乎没有气味。

确认试验 (1) 在 2 g 本品中加醋酸乙酯 1 ml，此时变成带粘性的液体，液体透明或稍混浊，在该溶液中加入 1 ml 氢氧化钠，充分混合，液体没有变化。

(2) 2 g 本品加 18 ml 醋酸乙酯溶解，再加 1 ml 稀盐酸，充分混合，液体稍现白色混浊，但是若放置一会就变成淡黄色透明或稍混浊的液体。

粘 度 将本品在 105° 下干燥 1 小时，取 0.5 g 放入带塞的三角烧瓶中，加甲苯-乙醇混合液 (80:20) 至 100.0 g，密闭振摇溶解，放置一会消除泡沫，在 25° 下进行试验 (第 1 法)，其粘度为表示单位的 75~120%。

纯度试验 (1) 碱 1 g 本品加 50 ml 水煮沸 5 分钟，放置冷却后过滤。在 10 ml 滤液

中加酚酞指示剂 2 滴时, 液体不呈淡红色。

(2) 氯化物 在 0.2 g 本品中, 加热水 20 ml 充分振摇后, 加稀硝酸 5 ml, 煮沸 1~2 分钟放置。冷却后过滤并加水至 50 ml, 以此作为试验溶液并进行试验。其允许范围在 0.10% 以下, 取 0.60 ml 0.01 N 盐酸为比较液。

(3) 重金属 取本品 1.0 g 在小火上小心加热炭化后, 用 450~500° 的强热灰化。在残留物中加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸。将残留物用 1 滴盐酸润湿再加热水 10 ml 并加热 2 分钟。冷却后, 加酚酞指示剂 1 滴。滴加氨水试液一直到溶液稍现红色后, 加 2 ml 稀醋酸并过滤。用 10 ml 水洗涤残留物, 将洗液合并到溶液中, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。取 2.0 ml 铅标准液为比较液。

(4) 砷 允许用藻酸钠的纯度试验 (6)。

干燥减量 2.0% 以下 (2 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 0.20% 以下 (第 3 法, 2 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 2.5 g, 适用甲氧基定量法进行试验。

0.01 N 硫代硫酸钠 1 ml = 0.0751 mgOC₂H₅

7. 羟乙基纤维素 Hydroxyethyl Cellulose

本品为纤维素的羟乙基醚。

性状 本品为白色~带黄白色的粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加水 100 ml, 振荡混合溶解, 再在室温下放置至成为均质的粘性液为止, 作为试验溶液。取试验溶液 2 ml, 加蒽酮试液 1 ml, 小心加入时, 在交界面上呈现蓝色~绿色。

(2) 取 (1) 的试验溶液, 在水浴上加热时, 液体不产生白浊, 煮沸时不产生沉淀。

(3) 取 (1) 的试验溶液 10 ml, 加稀硫酸 1 ml, 不产生沉淀。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸的冷却水 100 ml 溶解后, 液体的 pH 为 5.5~8.5。

纯度试验 (1) 溶状 测定时使用二根圆筒形管子。

外管高 250 mm, 内径 25 mm, 厚 2 mm 圆筒底厚 2 mm,

内管高 300 mm, 内径 15 mm, 厚 2 mm 圆筒底厚 2 mm。

圆筒底板为优质玻璃板与圆筒紧密贴合。将本品 1.0 g 溶于水 100 ml 后, 加到外管中, 置于白纸之上。白纸上 15 条黑色的平行线, 线的宽度为 1 mm, 间隔为 1 mm。将内管上下移动, 从管的上方观察时, 线条不能判明测定液体底部至内管下端为止的高度。此操作反复进行 3 次, 取其平均值, 并与下述的比较液对比, 比较液采用同样操作, 使用本品时的数值, 大于比较液的数值。

比较液: 0.01 N 硫酸 5.5 ml 加稀盐酸 1 ml, 乙醇 5 ml 和水至 50 ml, 加

氯化钡 2 ml 后摇荡混合, 放置 10 分钟。此液在使用时再摇荡混合。

(2) 氯化物 本品 1.0 g, 加水 30 ml, 在水浴上摇荡混合并加热 30 分钟后, 趁热过滤, 残留物用热水每次 15 ml 洗 3 次, 将洗液和滤液合并, 冷后加水至 100 ml, 作为试验溶液, 取试验溶液 10 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml, 进行试验时, 其限度为 0.14% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.4 ml。

(3) 硫酸盐 取 (2) 的试验溶液 40 ml, 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 进行试验时, 其限度为 0.048% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(4) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法进行操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A, 按方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

(6) 淀粉 本品的水溶液 (1→100) 10 ml, 加碘试液 1 滴时, 液体不呈蓝色。

干燥减量 10.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 5.0% 以下 (第 1 法, 1 g)。

8. 羟丙基纤维素

Hydroxypropyl Cellulose

本品为纤维素的羟丙基醚。

性 状 本品为白色~带黄白色的粉末, 无气味, 无味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加水 100 ml, 在 70° 的水浴上搅拌加热 5 分钟后, 在搅拌下冷却。然后在室温下放置, 直至成为均质的粘性液为止, 以此作为试验溶液。取试验溶液 2 ml, 小心加入萘酚试液 1 ml 时, 在交界面呈蓝色~绿色。
(2) 取 (1) 的试验溶液, 在水浴上加热时, 产生白浊或白色沉淀, 但冷却时, 再度变为透明。

(3) 本品 1 g 加乙醇 100 ml, 摇荡混合后放置时, 液体面为均质粘性液。

pH 本品 1.0 g 加热煮沸的冷却水 50 ml 溶解, 液体的 pH 为 5.0~7.5。

纯度试验 (1) 溶状 适用藻酸钠的纯度试验 (1)。比较液取用 0.01 N 硫酸 5.5 ml。

(2) 氯化物 本品 1.0 g 加水 30 ml, 在水浴上搅拌混合加热 30 分钟后, 趁热过滤。残留物用热水洗 3 次, 每次 15 ml, 将洗液和滤液合并, 冷后, 加水至 100 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 10 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml, 进行试验时其限度为 0.14% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 硫酸盐 取 (2) 的试验溶液 40 ml 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 进行试验时, 其限度为 0.048% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(4) 重金属 适用羧甲基纤维素的纯度试验 (6)。

(5) 砷 本品 0.20 g 加硝酸镁的乙醇溶液 (1→50) 10 ml, 将乙醇点火燃烧后, 慢慢加热灰化。若还有炭化物残留, 则再加少量硝酸润湿, 再度灼烧灰化, 冷后, 残留物加盐酸 3 ml, 在水浴上加温溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。

干燥减量 5.0% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法, 1 g)。

9. 硝化纤维素

Nitrocellulose

本品为纤维素的硝酸酯, 通常是用异丙醇或其它溶剂润湿的产物。

性 状 本品为白色棉花状, 片状或粒状物质。

纯度试验 (1) 溶状 本品在 80°干燥 2 小时, 取其 1.0 g 加乙醇和乙醚的混合溶液 (1:3) 25 ml 溶解时, 液体澄明。

(2) 酸 将本品在 80°干燥 2 小时, 取其 1.0 g, 加水 20 ml, 振荡混合 10 分钟后过滤, 滤液呈中性。

(3) 水可溶物 取 (2) 的滤液 10 ml, 在水浴上蒸发干涸, 在 105°干燥 1 小时, 残留物的量在 1.5 mg 以下。

灼烧残分 将本品在 80°干燥 2 小时, 精确称取约 2 g, 用蓖麻油的丙酮溶液 (1→20) 10 ml 润湿试料, 使它胶化。将内容物点火炭化后, 在约 500°灼烧 2 小时灰化后, 置于干燥器 (硅胶) 中放冷时, 残留物的量在 0.3% 以下。

10. 微晶纤维素

Microcrystalline Cellulose

本品为 α -纤维素用无机酸部分解聚后, 精制而得。

性 状 本品为白色~灰白色的结晶性粉末, 无氯味。

确认试验 (1) 本品 30 g 加水 270 ml, 以每分钟 8000 转以上速度磨碎 5 分钟, 取其 100 ml, 放入 100 ml 量筒内, 放置 3 小时, 液体为白色不透明、呈没有气泡的分散状, 看不出有液体分离。

(2) 本品 1 mg 加磷酸 1 ml, 在水浴上加热 30 分钟, 然后加儿茶酚-磷酸溶液 (1→500) 4 ml, 加热 30 分钟时, 液体呈红色。

(3) 本品 0.05 g 加稀碘试液 2 ml, 放置 5 分钟, 将液体倾斜除去, 残留物加稀释硫酸 (1→2) 1 滴时, 呈蓝紫色。

pH 本品 5.0 g 加新煮沸后冷却的水 40 ml, 振荡混合 20 分钟后, 以每分钟 3000 转离心分离 10 分钟得到上层澄液, pH 为 5.5~7.0。

纯度试验 (1) 水可溶物 0.2% 以下。

(2) 重金属 适用紫胶的纯度试验 (1)。

(3) 砷 本品 1.0 g 加硝酸镁-乙醇溶液 (1→20) 10 ml, 将乙醇点火烧去后, 慢慢加热灰化。冷后, 残留物加盐酸 3 ml, 在水浴上加温, 以此作为试验溶液, 采用装置 C 按方法进行试验, 其限度在 2 ppm 以下。

(4) 淀粉 取确认试验 (1) 所得的液体, 加碘试液 2~3 滴时, 液体不呈蓝色~蓝紫色。

干燥减量 7.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 2 法, 2 g)。

11. 聚乙二醇 600

Polyethylene Glycol 600

本品为环氧乙烷聚合物, 分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示, 其平均分子量为 570~630。

性 状 本品为几乎无色透明的粘性液体或白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚乙二醇 200 的确认试验。

凝固点 18~23°

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml, 溶液的 pH 为 4.0~7.0。

纯度试验 (1) 溶状 本品 5.0 g 加水 50 ml 溶解时, 液体几乎无色透明。

(2) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。

(3) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。

平均分子

量 试 验 适用聚乙二醇 200 的平均分子量试验, 但精确称取本品约 2.4 g。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

12. 聚乙二醇 1000

Polyethylene Glycol 1000

本品为环氧乙烷聚合物, 分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示, 其平均分子量为 950~1050。

性 状 本品为白色凡士林样或石蜡样物质, 稍有特异的气味。

确认试验 适用聚乙二醇 200 的确认试验。

凝固点 35~40°。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml, 溶液的 pH 为 4.0~7.0。

纯度试验 (1) 溶状 适用聚乙二醇 600 的纯度试验 (1)。

(2) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。

(3) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。

平均分子

量 试 验 适用聚乙二醇 200 的平均分子量试验, 但需精确称取本品约 4 g。

灼烧残分 0.10%以下 (第1法, 1 g)。

13. 聚乙二醇 1500
Polyethylene Glycol 1500

本品为环氧乙烷聚合物, 用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示, n 为 5~6 和 28~36 的等量混合物。

性 状 本品为白色滑溜的凡士林样固体, 几乎没有气味。

确认试验 适用聚乙二醇 200 的确认试验。

凝固点 $37\sim 41^\circ$

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml, 溶液的 pH 为 4.0~7.0。

纯度试验 (1) 溶状 本品 5 g 加水 50 ml 溶解时, 液体几乎无色澄明。

(2) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。

灼烧残分 0.10%以下 (第1法, 1 g)。

14. 聚乙二醇 4000
Polyethylene Glycol 4000

本品为环氧乙烷聚合物, 分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示, 其平均分子量为 2600~3800。

性 状 本品为白色石蜡状块或薄片, 或为白色粉末。几乎无气味。

确认试验 适用聚乙二醇 200 的确认试验。

凝固点 $53\sim 57^\circ$

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml, 溶液的 pH 为 4.0~7.0。

纯度试验 (1) 溶状 适用聚乙二醇 600 的纯度试验 (1)。

(2) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。

(3) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。

平均分子
量 试验 精确称取本品约 12.5 g, 放入容量约 200 ml 的耐压通用塞瓶中, 加吡啶约 25 ml, 加温溶解, 放冷。另外, 取邻苯二甲酸酐 42 g, 加新蒸馏的吡啶 300 ml, 正确量入 1 L 的遮光通用塞瓶中, 强烈振荡混合后, 放置 16 小时以上。准确量取此液 25 ml, 加到原先的耐压通用塞瓶中, 密塞后, 用牢固的布将它包好, 以下就适用聚乙二醇 200 的平均分子量试验。

灼烧残分 0.20%以下 (第1法, 1 g)。

15. 聚乙二醇 6000
Polyethylene Glycol 6000

本品为环氧乙烷聚合物, 分子式用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示,

平均分子量为 7300~9300。

- 性 状** 本品为白色石蜡状块或薄片，或为白色粉末。几乎没有气味。
- 确认试验** 适用聚乙二醇 200 的确认试验。
- 凝固点** 55~63°
- pH** 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml，溶解后液体的 pH 为 4.5~7.5。
- 纯度试验** (1) 溶状 适用聚乙二醇 600 的纯度试验 (1)。
(2) 酸 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (1)。
(3) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。
- 平均分子**
- 量 试 验** 适用聚乙二醇 4000 的平均分子量试验。
- 灼烧残分** 0.2% 以下 (第 1 法，1 g)。

16. 聚乙二醇 20000 Polyethylene Glycol 20000

本品为环氧乙烷聚合物，用 $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ 表示。平均分子量为 16500~25000。

- 性 状** 本品为白色石蜡块状或薄片，或为白色粉末。几乎没有气味。
- 确认试验** 适用聚乙二醇 200 的确认试验。
- 凝固点** 56~64°。
- pH** 取本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml，溶解后的液体，pH 为 4.0~8.0。
- 纯度试验** (1) 溶状 适用聚乙二醇 600 的纯度试验 (1)。
(2) 酸 适用聚乙二醇 200 纯度试验 (1)。
(3) 环氧乙烷 适用聚乙二醇 200 的纯度试验 (2)。
- 平均分子**
- 量 试 验** 适用聚乙二醇 4000 的平均分子量试验。
- 灼烧残分** 0.2% 以下 (第 1 法，1 g)。

17. 聚丙烯酸钠 Sodium Polyacrylate

本品为丙烯酸聚合物的钠盐。

- 性 状** 本品为白色粉末，无气味，无味。
- 确认试验** (1) 本品 0.2 g 加水 100 ml，振荡混合溶解后，为粘性液体。
(2) 取 (1) 的液体 10 ml，加氯化钙试液 1 ml，振荡混合时，立即产生白色沉淀。
(3) 取 (1) 的液体 10 ml，加硫酸镁试液 1 ml，振荡混合时，立即产生白色沉淀。

(4) 取 (1) 的液体 10 ml, 加氯化钴溶液 (1→25) 1 ml, 再加氯化铵试液 2~3 滴, 振荡混合时, 立即产生淡红色沉淀, 取此沉淀干燥时, 即呈紫色。

(5) 本品灰化时所得的残留物, 其水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 适用藻酸钠的纯度试验 (1)。比较液取用 0.01 N 硫酸 5.5 ml。

(2) 碱 本品 0.20 g 加水 60 ml, 摇和溶解后, 加氯化钙试液 3 ml, 在水浴上加热约 20 分钟, 冷后, 过滤。滤纸上的残留物用水约 30 ml 洗涤, 将滤液和洗液合并, 加水至 100 ml, 作为试验溶液。在 50 ml 试验溶液中加入酚酞试液 2 滴时, 液体不呈红色。

(3) 硫酸盐 取 (2) 的试验溶液 20 ml, 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml。进行试验时, 其限度在 0.48% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.4 ml。

(4) 重金属 从灼烧残分试验得到的残留物, 加盐酸 1 ml 和硝酸 0.2 ml, 在水浴上蒸发至干涸, 加稀盐酸 1 ml 和水 10 ml, 加热溶解。冷后, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液至液体呈微红色为止, 加稀醋酸 2 ml, 必要时进行过滤, 然后加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 采用第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 适用藻酸钠的纯度试验 (6)。

(6) 残留单体 精确称取本品约 1 g, 投入 300 ml 碘瓶中, 加水 100 ml, 屡屡振荡混合, 放置 24 小时使溶解。然后准确量取溴酸钾-溴化钾试液 10 ml, 加入碘瓶中, 振荡混合后, 快速加入盐酸 10 ml, 立即塞好塞子, 振荡混合。在碘瓶上部加入碘化钾试液 20 ml, 在暗处放置 20 分钟。然后松开塞子, 使碘化钾流入, 立即塞好后振荡混合, 用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。

另外, 用同样的方法进行空白试验。

按照以下公式, 求残存单体量, 其量在 1.5% 以下。

$$\text{残留单体量}(\%) = \frac{0.0047 \times (a - b)}{\text{试料的采取量}(g)} \times 100$$

这里, a : 空白试验 0.1 N 硫代硫酸钠液消耗量 (ml);

b : 本试验 0.1 N 硫代硫酸钠液消耗量 (ml)。

(7) 淀粉 本品 1.0 g 加水 100 ml 溶解后的液体, 加 5 ml 碘试液 1 滴时, 液体不显蓝色。

干燥减量 10.0% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

灼烧残分 76.0% 以下 (第 1 法, 1 g, 干燥后)。

18. 丙烯酸树脂烷醇胺溶液

Acrylic Resin Alkanolamine Solution

本品为丙烯酸树脂用 2-氨基-2-甲基-1, 3-丙二醇、2-氨基-2-甲基丙醇、三乙醇胺或三异丙醇胺中和后的无水乙醇溶液。

- 性 状** 本品为淡黄色~黄褐色透明粘性液体，具有特殊的气味。
- 确认试验** (1) 称取 0.2 g 样品加入 20 ml 水溶解，该液加 1 ml 稀盐酸时，即产生白色~淡黄色的沉淀。
(2) 1 ml 本品中加入氢氧化钠试液 5 ml 时，产生的气体会使湿润的红色石蕊试纸变蓝。
- 皂化价** 50~80。
- 碘 价** 6.0 以下。
- 纯度试验** (1) 溶状 在 1.0 ml 本品中，加入 10 ml 水溶解时，其液体澄清透明。
(2) 液体的性质 在 1.0 ml 本品中，加入 10 ml 水，振荡 5 分钟，其溶液呈中性。
(3) 重金属 取本品 2.0 g，用小火谨慎加热炭化，冷却后，加入 2 ml 硝酸及 5 滴硫酸加热至产生白烟，再用 450~500° 高温灰化。冷却后，加 2 ml 盐酸，在水浴上蒸发至干，滴 1 滴盐酸湿润残留物，然后加 10 ml 热水加热 2 分钟。冷却后，加 1 滴酚酞试液，滴加氨水直到溶液微红色，再加 2 ml 稀醋酸，过滤。用 10 ml 水洗涤残留物，将洗液合并到滤液中，加水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验，其允许范围在 10 ppm 以下。用 2 ml 铅标准液为比较液。
(4) 砷 在 1.0 g 样品中，加入 1 ml 饱和硝酸镁溶液，用小火谨慎加热，然后用 450~500° 高温完全灰化，冷却后在残留物上加 2 ml 硫酸，加热到冒白烟。冷却后，加饱和草酸铵溶液 0.5 ml，再加热到产生白烟，冷却后，加 10 ml 水溶解，以此作为试验溶液，用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 2 ppm 以下。
(5) 甲醇 本品适用甲醇及丙酮试验法的甲醇试验。
- 灼烧残分** 0.1% 以下 (第 1 法，1 g)。

19. 甲氧基乙烯马来酐共聚物

Methoxyethylene Maleic Anhydride Copolymer

本品为甲基乙烯醚和马来酐的共聚物。

- 性 状** 本品为白色体积大的粉末体，几乎没有气味和味道。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml，静置 24 小时后，液体呈透明。
(2) 本品 0.02 g 加新精制的间苯二酚 0.05 g 和硫酸 3 滴，在 130° 加热 5 分钟，冷后，加水 30 ml 使内容物溶解。取此液 10 ml，加氢氧化钠试液 3 ml 时，液体的颜色呈淡黄褐色。此外，将此液在 366 nm 的紫外线下观察时，液体发出绿蓝色荧光。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚乙烯醇的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚乙烯醇的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 8.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.10%以下 (第2法, 1g)。

(二) 无机胶质增稠剂

1. 无水硅酸

Silicic Anhydride

SiO₂, 60.08

- 本品经灼烧后的产物定量时, 二氧化硅 (SiO₂) 含量在 96.0% 以上。
- 性 状** 本品为白色~带蓝白色粉末, 没有气味, 无味。
- 确认试验** (1) 本品 0.1 g 加氢氧化钠试液 20 ml, 煮沸溶解后, 加氯化铵试液 12 ml 时, 产生白色胶状沉淀。此沉淀不溶于稀盐酸。
(2) 在 (1) 的沉淀上, 加亚甲基蓝溶液 (1→10000) 10 ml, 然后用水洗涤, 沉淀呈蓝色。
- 纯度试验** (1) 水可溶物 2% 以下。
(2) 重金属 本品 2.0 g 加水 30 ml 和稀盐酸 3 ml, 煮沸 20 分钟, 加氨试液至微酸性后, 过滤。残留物用水 15~20 ml 洗涤, 将滤液和洗液合并。加酚酞试液 2 滴和稍稍过量的氨水试液后, 加 0.1 N 盐酸至红色消失, 然后再加 0.1 N 盐酸 5 ml 和水至 100 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 50 ml, 按照第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。
(3) 砷 本品 0.40 g 加盐酸 10 ml, 蒸发干涸后, 加稀盐酸 5 ml 加温, 冷后过滤, 以此滤液作为试验溶液。采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 50 ppm 以下。
(4) 氟 30 ppm 以下。
- 干燥减量** 13.0% 以下 (1g, 105°, 2 小时)。
- 灼烧减量** 18.0% 以下 (1g, 850°, 30 分钟)。
- 定 量 法** 本品在 850° 灼烧 30 分钟后, 精确称取其量约 0.8 g, 加盐酸 20 ml, 在砂浴上蒸发干涸, 残留物再用盐酸润湿蒸发干涸后, 在 110~120° 加热 2 小时。冷后, 加稀盐酸 5 ml。加热后, 在室温放冷, 加热水 20~25 ml, 快速过滤, 用温水洗涤至洗液中不呈氯化物反应为止。将残留物和滤纸, 一起放入铂坩埚中, 灼烧灰化后, 再灼烧 30 分钟, 冷后, 称取其重量。

2. 硅 酸 钠

Sodium Silicate

本品定量时, 二氧化硅 (SiO₂:60.08) 含量为 28.0~38.0%, 氧化钠 (Na₂O:61.98) 含量为 9.0~19.0%。

性 状 本品为几乎无色的强粘性液, 无气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加盐酸 2 ml, 屡屡摇动蒸发干涸。冷后, 加稀释盐酸 (1→2) 10 ml, 煮沸 3 分钟后过滤。滤纸上残留物用水 10 ml 洗涤, 干燥后为白色。

(2) 本品 0.5 g 加热水 20 ml 溶解, 冷却后的液体, 呈钠盐的定性反应。

纯度试验 (1) 水不溶物 精确称取本品约 20 g, 加热水 300 ml 溶解, 温时, 将此液用重量已知的坩埚型玻璃过滤器 (1 G 3) 过滤。残留物用温水 200 ml 很好地洗涤, 将残留物和过滤器一起在 105° 干燥 1 小时, 其限度在 0.2% 以下。

(2) 铁 本品 0.10 g 加温水 25 ml 溶解, 冷后, 加稀盐酸 5 ml, 以此作为试验溶液。进行试验时, 其限度在 0.03% 以下。比较液取用铁标准液 3.0 ml。

(3) 铅 本品 0.50 g 加稀释盐酸 (2→3) 5 ml, 蒸发干涸后, 加稀释盐酸 (2→3) 10 ml 过滤。残留物用 10 ml 稀释盐酸洗涤, 将洗液和滤液合并, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。

(4) 砷 本品 0.50 g 加水 20 ml, 加温溶解后, 加稀释盐酸 (2→3) 中和, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验, 其限度在 4 ppm 以下。

定量法 (1) 二氧化硅 精确称取本品约 1.5 g, 加热水 50 ml 溶解后, 加盐酸 10 ml, 蒸发干涸。残留物用稀释盐酸 (1→2) 润湿, 蒸发干涸。然后在 110° 加热 1 小时, 冷后, 加稀释盐酸 (1→5) 50 ml, 在水浴上加热 10 分钟后, 迅速过滤。残留物用稀释盐酸 (1→10) 20 ml 洗涤后, 再用温水洗至洗液无氯化物的定性反应为止。用重量已知的铂坩埚, 将滤纸和残留物一起在约 1000° 灼烧至恒重为止。放入干燥器 (硅胶) 中放冷后称重。

(2) 氧化钠 精确称取本品约 1.5 g, 用 50 ml 热水溶解, 冷后加水至 250 ml, 准确取此液 25 ml, 用 0.1 N 盐酸滴定 (指示剂: 甲基红试液 2 滴)。

0.1 N 盐酸 1 ml = 3.0989 mg Na₂O

3. 硅 树 脂

Silicone Resin

本品主要成分为甲基聚氧硅烷和微粉状二氧化硅适当配合后, 进行特殊处理所得的产物。

性 状 本品为淡灰色半透明粘性液体或凡士林样物质, 几乎没有气味。

确认试验 取本品 1 g 置于铂坩埚中, 灼烧时产生白烟。用玻璃板罩上此白烟时, 玻璃板表面有粉末附着。将这些粉末收集到铂坩埚中, 加氢氧化钠 3 g, 加热熔解, 冷后加水 50 ml 溶解后过滤。将滤液 1 滴和钼酸铵试液 1 滴混合在滤纸上滴上 1 滴, 然后滴上 1 滴联苯胺试液后, 与氨的蒸气接触时, 呈现蓝色。

相对密度 d_{4}^{25} : 0.98~1.02 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 萃出聚氧硅烷的粘度和折光指数 取本品 15 g 置于索氏抽提器, 用四氯化碳 150 ml 萃取 3 小时, 将萃出液中的四氯化碳馏去后, 残留粘性液体, 其粘度为 10^{-4} ~ 1.1×10^{-3} m²/s (100~1100 cSt)。另外, 它的折光指数 n_D^{25} 为

1.400~1.410。

(2) 二氧化硅 取(1)的萃出后残留物,在100°干燥1小时,其量为0.45~2.25g。

4. 天然硅酸铝

Natural Aluminium Silicate

本品为天然产含水硅酸铝。

性 状 本品为白色~类白色粉末,无气味。

确认试验 (1) 本品0.5g,加稀释硫酸(1→3)3ml,加热至发生白烟为止。冷后,加水20ml,过滤,滤液中加氨试液至呈弱酸性,液体呈铝盐的定性反应(1)。(2) 用铂线环制作磷酸氢铵钠的熔解球,用以沾附本品,再次熔解时,可以看出球中有不熔融的块,其熔解球冷却时变为不透明,生成网目状的模样。

纯度试验 (1) 液性 本品5.0g加水100ml摇荡混合后,离心分离所得的澄清液为中性。

(2) 可溶性盐 取(1)的上层清液50ml,在水浴上蒸发干涸,残留物在700°强热2小时后,其量在0.040g以下。

(3) 氯化物 本品5.0g加水100ml,在细心摇动混合15分钟的同时,慢慢加热煮沸。冷后,虽加水但仍保持原来的容积,离心分离。取上层清液10ml,加稀硝酸6ml和水配成50ml,以此作为试验溶液,进行试验时,其限度在0.021%以下。比较液取用0.01N盐酸0.30ml。

(4) 硫酸盐 (2)的残留物加稀盐酸3ml,在水浴上加热10分钟后,加水配成50ml,过滤。取滤液2.0ml加稀盐酸1ml和水配成50ml,以此作为试验溶液,进行试验时,其限度在0.48%以下。比较液取用0.01N硫酸1.0ml。

(5) 重金属 本品1.5g加水50ml和盐酸5ml,在20分钟内边摇荡混合边慢慢加热煮沸,冷后,离心分离,取出其上澄液,沉淀用水洗,每次用水10ml洗2次并离心分离。将上澄液和洗液合并,滴加浓氨水,沉淀稍有析出时,强力摇动并滴加稀盐酸再次溶解。在此液中加入盐酸羟胺0.45g加热后,冷却,加醋酸钠0.45g,稀醋酸6ml和水配成150ml,取此液50ml,作为试验溶液,按第4法进行试验时,其限度在40ppm以下。比较液取用铅标准液2.0ml,盐酸羟胺0.15g,醋酸钠0.15g,稀醋酸2ml和水配成50ml。

(6) 砷 本品0.5g加稀盐酸5ml,在仔细摇动混合的同时,慢慢加热至沸腾为止。急速冷却后,离心分离。残留物加稀盐酸5ml,仔细摇动混合,离心分离。进一步加水10ml,采用同样的操作。将全部抽出液合并,在水浴上加热浓缩至5ml,以此作为试验溶液,采用装置B的方法,试验进行时,其限度在4ppm以下。

(7) 氟化物 取本品10.0g,按氟试验法进行试验时,其限度在0.01%以下。

干燥减量 20.0%以下(1g,105°,3小时)。

吸 着 力 本品 0.10 g 加亚甲蓝溶液 (3→2000) 20 ml 摇动混合 15 分钟, 再在 $37 \pm 2^\circ$ 放置 5 小时后, 离心分离。取上澄液 10 ml, 加水配成 200 ml, 取其 50 ml 置于纳氏比色管中, 用白色的背景, 在旁边或上方观察时, 液体的颜色不比下述的比较液深。
比较液: 亚甲蓝溶液 (3→2000) 1.0 ml 加水配成 400 ml, 取用此液的 50 ml。

5. 合成硅酸铝

Synthetic Aluminium Silicate

本品为合成所得的含水硅酸铝。

性 状 本品为白色粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加稀释硫酸 (1→3) 3 ml, 加热至发生白烟为止。冷后, 加水 20 ml 过滤, 滤液加氨试液至弱酸性, 此液用铝盐的定性反应 (1)。
(2) 用铂线环制作磷酸氢铵钠的熔解球, 用以沾附本品, 再次熔解时, 可以看出球中有不熔融的块, 其熔解球冷却时变为不透明, 生成网目状的模样。

纯度试验 (1) 酸或碱 本品 1.0 g 加水 20 ml 摇荡混合后, 用离心机分离时, 其上澄液为中性。

(2) 氯化物 本品 5.0 g 加水 100 ml, 在细心摇动混合 15 分钟的同时, 慢慢加热煮沸。冷后, 虽加水但仍保持原来的容积, 离心分离。取上澄液 10 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水配成 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度在 0.021% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。

(3) 硫酸盐 取 (2) 的上澄液 2.0 ml, 加稀盐酸 1 ml 和水配成 50 ml, 以此作为试验溶液, 试验进行时, 其限度在 0.48% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 1.0 ml。

(4) 重金属 本品 3.0 g 加水 50 ml 和盐酸 5 ml, 在 20 分钟内边摇和边慢慢加热煮沸, 冷后, 离心分离, 取上澄液, 沉淀每次用水 10 ml, 洗两次, 每次都离心分离。将上澄液和洗液合并, 滴加浓氨水, 稍有沉淀析出时, 强力摇荡并滴加稀盐酸使沉淀重新溶解。在此液中加入盐酸羟胺 0.45 g 并加热, 冷后, 加醋酸钠 0.45 g, 稀醋酸 6 ml 和水配成 150 ml。取此液 50 ml, 作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml, 盐酸羟胺 0.15 g, 醋酸钠 0.15 g, 稀醋酸 2 ml 并加水配成 50 ml。

(5) 砷 本品 1.0 g 加稀盐酸 10 ml, 在仔细摇动混合的同时, 慢慢加热至沸腾为止。急速冷却后, 离心分离。残留物加稀盐酸 5 ml 仔细摇动混合, 离心分离。进一步加水 10 ml, 采用同样的操作。将全部抽出液合并, 在水浴上加热浓缩至 5 ml, 以此作为试验溶液, 采用装置 B 的方法, 试验进行时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 20% 以下 (1 g, 105° , 3 小时)。

6. 硅 酸 铝 镁

Aluminium Magnesium Silicate

本品为胶体性含水硅酸铝镁。

性 状 本品为白色~淡褐色粉末，或薄片状粉末，无气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加稀释硫酸 (1→3) 3 ml，加热至发生白烟为止。冷后，加水 20 ml，过滤。残留物用水洗，加亚甲蓝溶液 (1→10 000) 2 ml，然后，用水洗涤时，残留物呈蔚蓝色。

(2) (1) 的滤液加浓氨水至呈弱碱性后，过滤。残留物用水 20 ml 洗后，加稀盐酸 2 ml 溶解，所得的液体，呈铝盐的定性反应 (1)。

(3) 从 (2) 得到的滤液，呈镁盐的定性反应。

纯度试验 (1) 重金属 本品 3.0 g 加水 50 ml 和盐酸 5 ml，在 20 分钟内很好摇动混合并慢慢加热煮沸，冷后离心分离，取出上澄液。沉淀用水洗 2 次，每次用水 10 ml，并每次离心分离，将上澄液和洗液合并，滴加浓氨水，沉淀稍有析出时，强力摇荡混合并滴加稀盐酸使再度溶解。于此液中加入盐酸羟胺 0.45 g 并加热，冷后，加醋酸钠 0.45 g，稀醋酸 6 ml 和水配成 150 ml。取此液 50 ml，作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml，盐酸羟胺 0.15 g，醋酸钠 0.15 g，稀醋酸 2 ml 和加水配成 50 ml。

(2) 砷 本品 1.0 g 加稀盐酸 20 ml，在水浴上加热 10 分钟，冷后，过滤。残留物用水洗 3 次，每次用水 5 ml，将洗液和滤液合并，并加水配成 50 ml。取此液 20 ml 加抗坏血酸 0.1 g，以此作为试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 5 ppm 以下。

灼烧减量 15.0% 以下 (1 g, 500°, 5 小时)。

7. 硅 酸 镁

Magnesium Silicate

本品定量时，二氧化硅 (SiO_2 ; 60.08) 含量在 45.0% 以上，氧化镁 (MgO ; 40.30) 含量在 20.0% 以上。二氧化硅和氧化镁的重量百分率 (%) 之比为 2.2~2.5。

性 状 本品为白色微细的粉末，无气味，无味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加稀盐酸 10 ml，摇荡混合后过滤，滤液加氨水试液至中性后，该液呈镁盐的定性反应。

(2) 用铂丝环制取磷酸氢铵钠的熔球，将本品沾于熔球上，再度熔解时，可看出球中有不熔融的块，此熔球冷却时，变为不透明，产生网目状的模样。

纯度试验 (1) 可溶性盐 本品 10 g 加水 150 ml，在水浴上屡屡摇动加热 1 小时，冷

后,加水至150 ml,离心分离取得澄明液体75 ml,加水至100 ml,作为试验溶液。取此液25 ml,在水浴上蒸发干涸,再在700°灼烧2小时,其量在0.02 g以下。

(2) 碱 取(1)的试液20 ml,加酚酞试液2滴和0.1 N 盐酸1.0 ml,液体为无色。

(3) 氯化物 取(1)的试验溶液10 ml,加稀硝酸6 ml和水至50 ml,试验进行时,其限度在0.053%以下。比较液取用0.1 N 盐酸0.75 ml。

(4) 硫酸盐 (1)的残留物加稀盐酸3 ml,在水浴上加热10分钟后,加水30 ml,过滤,用水洗涤,将洗液和滤液合并,加水至50 ml,取此液4 ml,加稀盐酸1 ml和水至50 ml,以此作为试验溶液,进行试验时,其限度为0.48%以下。比较液取用0.01 N 硫酸1.0 ml。

(5) 重金属 取本品1.0 g,加水20 ml和盐酸3 ml,煮沸2分钟后,过滤,用水洗2次每次用水5 ml,将洗液和滤液合并,在水浴上蒸发干涸,残留物加稀醋酸2 ml,加温溶解,必要时过滤,加水至50 ml,以此作为试验溶液。按第4法进行试验时,其限度在30 ppm以下。比较液取用铅标准液3.0 ml。

(6) 砷 取本品0.20 g加稀盐酸5 ml,边摇和边加温直至沸腾为止。快速冷却后,过滤。残留物用稀盐酸5 ml和水10 ml洗涤,将洗液和滤液合并,在水浴上加热浓缩至5 ml,以此作为试验溶液,采用装置C,如法进行试验时,其限度在10 ppm以下。

灼烧残分 34%以下(0.5 g, 850°, 3小时)。

定量法 (1) 二氧化硅 精确称取本品约1 g,加盐酸20 ml,在砂浴上蒸发干涸,残留物再用盐酸润湿后,蒸发干涸,然后在110~120°加热2小时。冷后,加稀盐酸5 ml,加热后,在室温下放冷,加热水20~25 ml后立即过滤。用温水洗涤残留物,直至洗液不呈氯化物的定性反应为止。将残留物和滤纸一起,置于铂坩埚内灼烧灰化,再灼烧30分钟后,冷却称重,其重量为 a (g)。然后将残留物用水润湿,加氢氟酸6 ml和硫酸3滴,蒸发干涸后,灼烧5分钟,再重复此操作2次,冷后称重,得 b (g)。

$$\text{二氧化硅}(\text{SiO}_2)\text{的含量}(\%) = \frac{a - b}{\text{试料的量}(\text{g})} \times 100$$

(2) 氧化镁 精确称取本品约0.3 g,置于50 ml三角烧瓶中,加1 N 硫酸10 ml,装上回流冷却器,在水浴上加热15分钟。冷后,转移到100 ml容量瓶中,三角烧瓶用水洗涤,加洗液和水至100 ml。将此液过滤,准确量取滤液50 ml,加氨水试液2 ml和pH 10.7的氨水-氯化铵缓冲液10 ml,用0.05 MEDTA二钠液滴定(指示剂:羊毛络黑T-氯化钠指示剂0.04 g)。

$$\text{氧化镁}(\text{MgO})\text{的含量}(\%) = \frac{0.05 \text{ MEDTA二钠的消耗量}(\text{ml})}{\text{试料的量}(\text{g})} \times 0.20152$$

(3) 二氧化硅和氧化镁的百分率(%)比,根据定量法(1)和(2)的数值求取。

四、化妆品用表面活性剂

(一) 阴离子表面活性剂

1. 月桂基硫酸钠

Sodium Lauryl Sulfate



$\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$, 288.38

本品是以月桂基硫酸钠($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$)为主要成分的烷基硫酸钠。

性 状

本品为白色~淡黄色结晶或粉末, 稍有特异气味。

确认试验

- (1) 本品的水溶液(1→10)为透明或稍有混浊的液体, 摇荡时有泡沫。
- (2) 本品的水溶液(1→10)呈钠盐的定性反应(1)。
- (3) 本品的水溶液(1→10)加稀盐酸至呈酸性, 平静地煮沸, 冷却后的液体, 呈硫酸盐的定性反应。

纯度试验

- (1) 液性 本品1.0 g加水至100 ml溶解后的液体呈中性。
- (2) 石油醚可溶物 精确称取本品约10 g, 加水100 ml溶解, 再加乙醇100 ml后转移至分液漏斗中, 用石油醚萃取3次, 每次50 ml, 如液体乳化分层有困难, 则加氯化钠。将石油醚萃出液合并, 用水洗涤3次每次用水50 ml, 然后用无水硫酸钠脱水。在水浴上将乙醚馏去, 残留物在105°干燥15分钟后, 称重, 其限度在4.0%以下。
- (3) 乙醇不溶物 精确称取本品约3 g, 加乙醇100 ml, 装好回流冷凝器, 在水浴上加热煮沸1小时, 并屡屡摇动混合, 使用已知重量的坍塌形玻璃过滤器趁热时过滤, 残留物用温乙醇100 ml洗后, 在105°干燥1小时, 称重, 其限度为6.5%以下。

干燥减量

4.0%以下(1 g, 105°, 1小时)。

2. 月桂基硫酸三乙醇胺

Triethanolamine Lauryl Sulfate



$\text{C}_{18}\text{H}_{41}\text{NO}_7\text{S}$, 415.58

本品主成分为月桂基硫酸三乙醇胺, 本品定量时, 月桂基硫酸三乙醇胺($\text{C}_{18}\text{H}_{41}\text{NO}_7\text{S}$)的含量为表示量的90~110%。

- 性 状** 本品为淡黄色~黄色液体, 或为凡士林样物质, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 按照本品的表示量, 取相当于月桂基硫酸三乙醇胺的量 5 g, 加水至 100 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 1 滴, 加亚甲基蓝试液 5 ml 和氯仿 1 ml, 摇动混合时, 氯仿层呈蓝色。
- (2) 取 (1) 的试验溶液 1 ml, 加氢氧化钠试液 2 ml 和硫酸铜试液 0.1 ml 时, 液体呈蓝紫色。
- (3) 按照本品的表示量, 取相当于月桂基硫酸三乙醇胺的量 1 g, 加水至 10 ml, 加稀盐酸至呈酸性, 平静地煮沸, 冷却后的液体, 呈硫酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 溶性 按照本品的表示量, 取相当于月桂基硫酸三乙醇胺的量 1.0 g, 加水溶解配成 10 ml 液体, 冷却至 0° 时, 液体透明。
- (2) 液性 按照本品的表示量, 取相当于月桂基硫酸三乙醇胺的量 1.0 g, 加水溶解配成 100 ml, 液体呈中性。
- (3) 石油醚可溶物 按照本品的表示量, 取相当于月桂基硫酸三乙醇胺的量 5.0 g, 加水溶解配成 100 ml, 在此液中加入乙醇 100 ml, 转移到分液漏斗中, 用石油醚萃出 3 次, 每次用 50 ml 石油醚。如果液体有乳化现象分离有困难时, 可加氯化钠。将石油醚萃出液合并, 用水洗 3 次, 每次用水 50 ml, 洗后用无水硫酸钠脱水, 在水浴上将石油醚馏去后, 残留物在 105° 干燥 15 分钟后, 称重, 其限量为月桂基硫酸三乙醇胺表示量的 6.5% 以下。
- 定 量 法** 根据阴离子表面活性剂的定量法 (第 2 法) 进行试验。
- 0.004 mol/L 月桂基硫酸钠液 1 ml = 1.6623 mg $\text{C}_{18}\text{H}_{41}\text{NO}_7\text{S}$

3. α -烯烴磺酸钠

Sodium Tetradecene Sulfonate

本品主要成分为十四烯磺酸钠 ($\text{C}_{14}\text{H}_{27}\text{NaO}_3\text{S}$; 298.42) 和羟基十四烷磺酸钠 ($\text{C}_{14}\text{H}_{29}\text{NaO}_4\text{S}$; 316.43) 组成。本品干燥物定量时, 含量以十四烯磺酸钠计在 90.0% 以上。

- 性 状** 本品为白色~淡黄色结晶或粉末, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品的水溶液 (1→10), 呈钠盐的定性反应 (1)。
- (2) 本品的水溶液 (1→10) 1 滴, 加亚甲基蓝试液 5 ml 和氯仿 1 ml 摇荡混合时, 氯仿层呈蓝色。
- (3) 本品 0.5 g 加水 1 ml 和溴试液 5 滴, 摇动混合时, 红色消失。
- 纯度试验** (1) 碱 本品 1.0 g 加水 100 ml 溶解, 加酚酞试液 2 滴和 0.1 N 盐酸 0.6 ml 时, 液体为黄色。
- (2) 石油醚可溶物 精确称取本品约 5 g, 加水 50 ml 溶解, 加乙醇 50 ml, 转移至分液漏斗中, 用石油醚每次 40 ml 抽出 3 次。每次抽出后, 加饱和食盐水摇动混合。将石油醚抽出液合并, 用水洗涤 3 次, 每次用水 50 ml。石油醚层中加无水硫酸钠 5 g, 放置 20 分钟。将它转移至已知重量的预先放

入沸石的容器中，在水浴上将石油醚馏去后，在室温下减压干燥 30 分钟，称量其重量时，其限量在 1.5% 以下。

(3) 硫酸钠 取本品 0.95 g，加水溶解配成 100 ml。取此液 10 ml，加甲醇 40 ml 和偶氮氯膦 III 试液 10 滴，用 0.5 N 盐酸调整 pH 值至约为 4，然后加 0.01 mol/L 氯化钡液 2.0 ml 时，液体呈蓝绿色。

(4) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法配制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

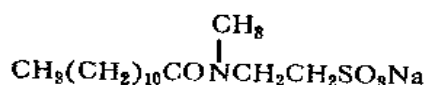
干燥减量 4.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

定量法 将本品干燥，按阴离子表面活性剂定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.004 mol/L 月桂基硫酸钠液 1 ml = 1.1937 mg C₁₄H₂₇NaO₅S

4. 月桂酰甲基牛磺酸钠

Sodium Lauroyl methyl Taurate



C₁₅H₃₀NNaO₄S; 343.46

本品主要成分为月桂酰甲基牛磺酸钠 (C₁₅H₃₀NNaO₄S)，本品定量时，含量在 95.0% 以上。

性状 本品为白色~微黄色的结晶性粉末或固体，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 0.01 g，加水 10 ml 溶解，加亚甲蓝试液 5 ml 和氯仿 5 ml，振荡混合时，氯仿层呈现蓝色。

(2) 本品的温水溶液 (1→10)，呈钠盐的定性反应 (1)。

(3) 将本品干燥，取其少量，按红外吸收光谱测定法的糊法测定时，可以看到在 1640 cm⁻¹ 处的强的吸收。

纯度试验 (1) 液性 取本品 1.0 g，加水溶解，配成 100 ml 的溶液，是中性的。

(2) 游离脂肪酸 取本品约 5 g 精密称量于烧杯中，加水 50 ml 溶解后，加醋酸 (3→10) 2 ml 变为弱酸性。将此液转移至分液漏斗。用乙醇 50 ml 将烧杯洗净，并把它加入分液漏斗中。加石油醚 50 ml，并好好振荡混合，放置至石油醚层变为透明为止，水层转移至另一分液漏斗中。此水层另加石油醚 50 ml 好好振荡混合。将石油醚抽出液合并，用 50% 乙醇 50 ml 洗涤 3 次。将石油醚层转移至烧杯中，在水浴上将石油醚馏去后，加乙醇 20 ml 溶解，加酚酞试液 3 滴，用 0.1 N 氢氧化钾液滴定，用下式计算时，游离脂肪酸在 1.5% 以下。

$$\text{游离脂肪酸}(\%) = \frac{M \times A \times f}{m \times 100}$$

式中 m : 试料采取量; A : 0.1 N 氢氧化钾液的滴定数 (ml); f : 0.1 N 氢氧化钾液的因数; M : 脂肪酸的分子量。

(3) 氯化钠 精密称取本品约 3 g, 用水或温水溶解配成 100 ml。在此液中加入铬酸钾试液 2 ml, 用 0.1 N 硝酸银液滴定。以稍有褐色之点作为终点。按下式计算时, 氯化钠在 3.0% 以下。

$$\text{氯化钠}(\%) = \frac{A \times f \times 5.85}{m \times 10}$$

式中 m : 试料采取量 (g);

A : 0.1 N 硝酸银的滴定数 (ml);

f : 0.1 N 硝酸银的因数。

(4) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 3.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

定量法 将本品干燥, 按阴离子表面活性剂定量法 (第 1 法) 进行试验。

0.04 mol/L 十二烷基硫酸钠液 1 ml = 1.3788 mg $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{NNaO}_4\text{S}$

5. 月桂酰甲基牛磺酸钠液

Sodium Lauroylmethyl Taurate Solution

本品主成分为月桂酰甲基牛磺酸钠, 通常含有异丙醇、乙醇、水或它们的混合液。本品定量时, 月桂酰甲基牛磺酸钠 ($\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{NNaO}_4\text{S}$, 343.46) 作为表示量的含量为 90~110%。

性状 本品为无色~淡黄色液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 按本品的表示量, 取月桂酰甲基牛磺酸钠 1 g 的对应量, 加水配成 20 ml, 作为试验溶液。试验溶液 1 滴加亚甲蓝试液 5 ml 和氯仿 1 ml, 摇荡混合时, 氯仿层呈现蓝色。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 呈钠盐的定性反应。

(3) 采取本品少量, 在 60°减压干燥所得的试料, 按红外吸收光谱测定法的糊法测定时, 可以看出在 1640 cm^{-1} 处有强的吸收。

纯度试验 (1) 液性 按本品表示量, 取月桂酰甲基牛磺酸钠 1.0 g 的对应量, 加水溶解配成 100 ml 液体为中性。

(2) 游离脂肪酸 精密称量本品约 10 g, 加水 100 ml 溶解, 再加乙醇 100 ml 并转移至分液漏斗, 用石油醚每次 50 ml 抽出 3 次。将石油醚抽出液合并, 用水每次 50 ml 洗涤 3 次后, 加无水硫酸钠 5 g, 放置 20 分钟, 过滤。在水浴上将石油醚馏去, 残留物在 105°干燥 15 分钟后, 称重时, 其限度为

月桂酰甲基磺酸钠表示量的 3% 以下。

(3) 重金属 按本品表示量, 取月桂酰甲基牛磺酸钠 1.0 g 的对应量, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

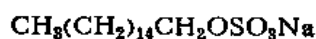
(4) 砷 按本品表示量, 取月桂酰甲基牛磺酸钠 0.40 g 的对应量, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

定量法 按阴离子表面活性剂定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠液 1 ml = 1.3738 mg $C_{15}H_{31}NNaO_4S$

6. 十六烷基硫酸钠

Sodium Cetyl Sulfate



$C_{16}H_{33}NaO_4S$: 344.48

本品主成分为十六烷基硫酸钠 ($C_{16}H_{33}NaO_4S$)。

性状 本品为白色~淡黄色结晶或粉末, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→10) 呈钠盐的定性反应。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 加稀盐酸呈酸性后, 慢慢煮沸, 冷却后的液体, 呈硫酸盐的定性反应。

(3) 本品 0.1 g 加水 10 ml 后, 摇荡混合时, 几乎不溶, 但加温至 60° 摇荡混合时, 几乎透明溶解, 并产生稳定泡沫。

纯度试验 (1) 液性 本品 1.0 g 加水 100 ml, 加温溶解后的液体呈中性。

(2) 石油醚可溶物 精确称量本品约 10 g, 加水 100 ml 溶解, 再加 100 ml 乙醇后, 转移至分液漏斗中, 用石油醚萃取 3 次, 每次 50 ml。如液体乳化分离困难时, 可加氯化钠, 将石油醚萃出液合并, 用水洗涤 3 次, 每次用水 50 ml, 在水浴上将石油醚馏去。残留物在 105° 干燥 15 分钟后, 称其重量时, 其限度在 4% 以下。

(3) 乙醇不溶物 精确称取本品约 3 g, 加乙醇 100 ml, 装上回流冷凝器, 置水浴上屡屡摇动, 加热煮沸 1 小时, 趁热用已知重量的坩埚形过滤器 (1 G 3) 过滤, 残留物用温乙醇 100 ml 洗涤后, 在 105° 干燥 1 小时, 称其重量时, 其限度为 6.5% 以下。

干燥减量 4.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

7. 皂 坯

Soap Base

本品主要成分是脂肪酸的钠盐。

性状 本品为白色~淡黄色的半固体或固体, 稍有特异的气味。

- 确认试验** (1) 本品 0.2 g 加温水 10 ml, 加热溶解后的液体, 稍有混浊, 摇荡混合时, 产生泡沫。
 (2) (1) 的水溶液呈钠盐的定性反应 (1)。
 (3) 取本品 1.0 g 加温水 20 ml, 加温溶解后, 加稀盐酸呈酸性后, 有油层分离。
- 纯度试验** (1) 酸 本品 2.0 g 加中性乙醇 20 ml, 在水浴上加热溶解, 加酚酞试液 2 滴和 0.1 N 氢氧化钠液 0.20 ml 时, 液体呈红色。
 (2) 碱 本品 2.0 g 加中性乙醇 20 ml, 在水浴上加热溶解, 加酚酞试液 2 滴和 0.1 N 硫酸 0.30 ml 时, 液体无色。
 (3) 乙醇不溶物, 精确称量本品约 5 g, 加中性乙醇 200 ml, 加温溶解后, 用已知重量的坩埚形过滤器 (1 G 4) 过滤。残留物用热中性乙醇洗涤 3 次, 每次用乙醇 15 ml, 然后在 105°干燥至恒重为止, 其量在 1% 以下。
- 干燥减量** 35.0% 以下 (2 g, 105°, 3 小时)。

8. 自乳化型单硬脂酸甘油酯 Glyceryl Monostearate Selfemulsifying

本品为亲油型单硬脂酸甘油酯和其它表面活性剂的混合物。

- 性 状** 本品为白色~微黄色固体, 稍有特异的气味和味道。
- 确认试验** (1) 本品 5 g 加水 100 ml, 加热至试料液化为止, 强烈摇荡混合后放置时, 油层不分离。
 (2) 本品 0.2 g 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时, 发生丙烯醛样的刺激臭。
 (3) 本品 0.1 g 加乙醇 2 ml, 加温溶解后, 加稀硫酸 5 ml, 在水浴上加热 30 分钟后, 冷却时, 有黄白色固体析出。将此固体分离, 加乙醚 3 ml 摇荡混合时溶解。
- 熔 点** 50~65° (第 2 法)。
- 酸 价** 25 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 皂 化 价** 90~175。
- 碘 价** 5.0 以下。
- 纯度试验** 游离甘油 精确称取本品约 1.0 g, 加氯仿 20 ml, 加温溶解。冷后, 移于分液漏斗中, 用冰醋酸溶液 (2→25) 25 ml 萃取共 3 次, 将萃出液合并于 500 ml 的碘瓶中, 正确量取 20 ml 过碘酸试液, 加入碘瓶后摇荡混合, 放置 15 分钟后, 加入碘化钾溶液 (1→4) 10 ml, 立即用 0.2 N 硫代硫酸钠液滴定时, 其限度在 10.0% 以下 (指示剂: 淀粉试液 3 ml)。用同样方法进行空白试验作修正。
- 0.2 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 4.60 mgC₅H₈O₃
- 干燥减量** 7.0% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。
- 灼烧残分** 3.0% 以下 (第 1 法, 1 g)。

9. *N*-月桂酰肌氨酸钠
Sodium *N*-Lauroyl Sarcosinate

$C_{15}H_{28}NNaO_3$, 293.38

本品是以月桂酰肌氨酸钠 ($C_{15}H_{28}NNaO_3$) 为主要成分的酰基肌氨酸钠盐。

性 状 本品为白色~微黄色结晶或粉末, 有特异气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→10) 为透明或稍有混浊的液体, 振荡混合时, 有泡沫形成。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 呈钠盐的定性反应 (1)。

(3) 本品 0.1 g 加乙醇 10 ml, 加温溶解后, 取此液 10 μ l 滴在薄层板上作斑点, 以氯仿 80 ml 和 0.1 N 硫酸-甲醇溶液 (5→100) 20 ml 的混合液作为展开用溶剂, 按薄层色谱法展开。然后, 将薄层板置于用碘饱和的密闭容器中放置 1 小时后观察时, 在溶剂前端附近可以看到黄褐色斑点。但是薄层板是用硅胶 20 g 以硫酸铵溶液 (5→100) 50 ml 分散作成的, 在 110°干燥 1 小时即得。

(4) 本品 0.05 g 和氧化钙 0.1 g 混合放入小试管中加热时, 悬挂于试管中的红色石蕊试纸变为蓝色。

纯度试验 (1) 液性 本品 0.5 g 加水 50 ml 溶解时, 液体呈中性或稍带碱性。

(2) 氧化物 本品 1.0 g 加水 30 ml 溶解, 滴加 10 ml 稀硝酸振荡混合后, 过滤, 残留物用水洗涤, 将滤液和洗液合并, 加水至 50 ml 作为试验溶液, 取试验溶液 5 ml, 进行试验时, 其限度为 0.28% 以下。比较液取用 0.01N 盐酸 0.8 ml。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加硝酸 5 ml 和硫酸 2 ml 后稍稍加热, 冷后, 加过氧酸 2 ml 加热至无色~微黄色为止。如果液体不变为无色~微黄色时, 冷后再补加硝酸, 每次 2~3 ml, 继续加热至无色~微黄色为止。冷后, 加水 10 ml, 加热至白烟发生为止, 冷后就追加酚酞试液 1 滴, 滴加浓氨水至液体呈微红色为止。加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml 作为试验溶液, 按照第 4 法进行试验。其限量为 20 ppm。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 本品 1.0 g 加硝酸 5 ml 和硫酸 2 ml, 稍稍加热。冷后, 加过氧酸 2 ml 加热至液体变为无色~微黄色, 如不变为无色~微黄色, 则在冷后每次加硝酸 2~3 ml, 继续加热至变为无色~微黄色为止。冷后, 加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热至产生白烟为止, 冷后, 加水至 20 ml, 作为试验溶液; 采用装置 C, 如法试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

(5) 乙醇不溶物 精确称取本品约 3 g, 加乙醇 100 ml, 装上回流冷凝器在水浴上煮沸 1 小时, 并屡屡摇动, 用重量已知的坩埚形玻璃过滤器 (1 G) 在热时过滤, 残留物用温乙醇 100 ml 洗涤, 在 105°干燥 1 小时后称重。其限量在 2.0% 以下。

干燥减量 7.0%以下 (2.5 g, 105°, 1 小时)。

10. *N*-月桂酰-L-谷氨酸钠

Sodium *N*-Lauroyl-L-glutamate

本品主要成分为 *N*-月桂酰-L-谷氨酸钠。本品干燥物定量时,氮 (N:14.01) 含量为 3.6~3.9%。

性 状 本品为白色或微黄色粉末,稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品的乳浊液,呈钠盐的定性反应 (1)。

(2) 将本品干燥,按红外吸收光谱测定法的糊法测定时,可以看出 1640cm^{-1} 处的吸收。

(3) 本品 1 g 加盐酸-甲醇溶液 (1→3) 50 ml, 装好回流冷却器, 置水浴上时时摇动并加热 5 小时。冷后, 加氢氧化钠试液至 pH 2.0 为止, 然后转移至分液漏斗中, 用石油醚 20 ml 抽出。石油醚层加无水硫酸钠 5 g, 放置 20 分钟后过滤。从滤液中馏去石油醚得残留物, 取其 0.1 g, 加甲醇-苯-硫酸试液 20 ml, 装好回流冷却器, 在水浴上加热 1 小时。冷后, 转移于分液漏斗中, 加水 50 ml 后, 用石油醚每次 30 ml 抽出 2 次, 石油醚层用水洗, 洗至洗液加甲基橙试液 5 滴不呈红色为止。加无水硫酸钠 5 g, 放置 20 分钟后过滤。滤液在水浴上浓缩至 10 ml, 以此作为试验溶液。另外, 用气相色谱用月桂酸 0.1 g 按同样方法处理得到的液体作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液 2.0 μl , 在下列条件下进行气相色谱法试验时, 除掉溶剂峰以外, 试验溶液的主要峰与标准溶液的主要峰一致。

操作条件

检出器: 氢焰离子化检出器。

分离柱: 内径 3.0 mm, 长度 2 m, 用琥珀酸二甘醇聚酯以 10% 的比例被覆 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土充填。

分离柱温度: 190°附近的一定温度。

载体气体及流量: 氮, 每分钟约 30 ml 的一定量。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 3 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g, 按第 2 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 5.0%以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥, 精密称量其约 0.5 g, 按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。液体变为蓝色透明的加热时间为 4 小时。

0.1 N 硫酸 1 ml = 1.4007 mgN

11. *N*-肉豆蔻酰-L-谷氨酸钠

Sodium *N*-Myristoyl-L-glutamate

本品主要成分为 *N*-肉豆蔻酰-L-谷氨酸钠，本品干燥物定量时，氮(N: 14.01)含量为 3.4~3.7%。

性 状 本品为白色或微黄色的粉末，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品的乳浊液 (1→100) 呈钠盐的定性反应 (1)。

(2) 将本品干燥，按红外吸收光谱测定法的糊法测定时，可以看到在 1640 cm^{-1} 处的吸收。

(3) 本品 1 g 加盐酸-甲醇溶液 (1→3) 50 ml，装好回流冷却器，置水浴上时时摇动并加热 5 小时。冷后，加氢氧化钠试液至 pH 2.0 为止，然后转移至分液漏斗中，用石油醚 20 ml 抽出。

石油醚层加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后过滤。从滤液中馏去石油醚，从得到的残留物中取 0.1 g，加甲醇-苯-硫酸试液 20 ml，装好回流冷却器，在水浴上加热 1 小时。冷后，转移到分液漏斗中，加水 50 ml 后，用石油醚每次 30 ml 抽出 2 次，石油醚层用水洗涤，洗至加甲基橙试液 5 滴时不呈红色为止。加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后过滤。滤液在水浴上浓缩至 10 ml，以此作为试验溶液。另外，用气相色谱用肉豆蔻酸 0.1 g 同样处理后所得的液体作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液 2.0 μl ，按下列操作条件进行气相色谱法试验时，除溶剂峰以外，试验溶液的主要峰，与标准溶液的主要峰一致。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离柱：内径 3.0 mm，长度 2 m 的管子，用琥珀酸二甘醇聚酯以 10% 的比例被覆 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土充填。

分离柱温度：190°附近的一定温度。

载体气体及流量：氮，每分钟约 30 ml 的一定量。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g，按第 3 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g，按第 2 法配制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 5.0% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥，精密称量其约 0.5 g，按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。液体变为蓝色透明的加热时间为 4 小时。

0.1 N 硫酸 1 ml = 1.007 mgN

12. *N*-硬脂酰-L-谷氨酸钠

Sodium *N*-Stearoyl-L-glutamate

本品主要成分为 *N*-硬脂酰-L-谷氨酸钠。本品干燥物定量时，氮 (N:14.01) 含量为 2.8~3.2%。

性 状

本品为白色或微黄色的粉末，稍有特异的气味。

确认试验

(1) 本品的乳油液 (1→100)，呈钠盐的定性反应 (1)。

(2) 将本品干燥，按红外吸收光谱测定法的糊法测定时，可以认出在 1640 cm^{-1} 的吸收。

(3) 本品 1 g 加盐酸-甲醇溶液 (1→3) 50 ml，装好回流冷却器，在水浴上时时摇动并加热 5 小时。冷后，加氢氧化钠试液至 pH 2.0 为止，然后转移至分液漏斗，用石油醚 100 ml 抽出。石油醚层中加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后过滤。将滤液馏去石油醚，得残留物，取其 0.1 g，加甲醇-苯-硫酸试液 20 ml，装好回流冷却器，在水浴上加热 1 小时，冷后，转移于分液漏斗，加水 50 ml 后，用石油醚抽出 2 次，每次用石油醚 30 ml。将石油醚层用水洗涤，洗至滴下甲基橙 5 滴洗液不呈红色为止。加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后过滤。滤液在水浴上浓缩至 10 ml 为止，以此浓缩液作为试验溶液。另外，取气相色谱用硬脂酸甲酯 0.1 g 加石油醚 10 ml 溶解，作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液 2.0 μl ，按如下的操作条件进行气相色谱法试验时，除溶剂峰以外，试验溶液的主要峰之一，与标准溶液的主要峰一致。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离柱：内径 3.0 mm，长度 2 m，用琥珀酸二甘醇聚酯以 10% 的比例被覆 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土充填。

分离柱温度：190°附近的一定温度。

载体气体及流量：氮，每分钟约 30 ml 的一定量。

纯度试验

(1) 重金属 取本品 1.0 g，按第 3 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g，按第 2 法调制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量

5.0% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定 量 法

将本品干燥，精密称量其约 0.5 g，按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。液体变为蓝色透明的加热时间为 4 小时。

0.1 N 硫酸 1 ml = 1.4007 mgN

13. 聚氧乙烯月桂醚硫酸钠
Sodium Polyoxyethylene Lauryl ether Sulfate
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OSO}_3\text{Na}$

本品主要成分为聚氧乙烯月桂醚硫酸钠。

本品定量时，聚氧乙烯月桂醚硫酸钠的含量为表示量的 90~110%。

性 状

本品为无色~淡黄色液体，或为凡士林样物质，稍有特异的气味。

确认试验

(1) 本品的水溶液 (1→10)，呈钠盐的定性反应 (1)。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 加稀盐酸呈酸性后，平静地煮沸，冷却后的液体，呈硫酸盐的定性反应。

(3) 适用聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐的确认试验 (1)。

(4) 适用聚氧乙烯硬脂酰胺的确认试验 (1)。但是，根据本品的表示量，取对应于 0.5 g 的量。

纯度试验

(1) 溶状 适用聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺的纯度试验 (1)。

(2) 液性 适用聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺的纯度试验 (2)。

(3) 石油醚可溶物 适用聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺的纯度试验 (3)。其限度为聚氧乙烯月桂醚硫酸钠表示量的 10% 以下。

定 量 法

根据阴离子表面活性剂定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.004 mol/L 月桂基硫酸钠液 1 ml =

$0.004 \times (288.38 + 44.05 n) \text{ mg C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S} \cdot (\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$

这里， n ：表示附加环氧乙烷的分子数。

14. 聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐
Triethanolamine Polyoxyethylene Lauryl ether Sulfate

本品主要成分为聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐。本品定量时，聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐 $[\text{C}_{18}\text{H}_{41}\text{NO}_7\text{S}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n]$ 的含量为表示量的 90~110%。

性 状

本品为淡黄色~黄色液体，或为凡士林样物质，稍有特异的气味。

确认试验

(1) 根据本品的表示量，取相当于聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐 5 g，加水至 100 ml，以此作为试验溶液。在 1 滴试验溶液中加入亚甲基蓝试液 5 ml 和氯仿 1 ml，振荡混合时，氯仿层呈现蓝色。

(2) 在 (1) 的试验溶液 1 ml 中，加氢氧化钠试液 2 ml 和硫酸铜试液 0.1 ml，溶液呈蓝紫色。

(3) 适用聚氧乙烯硬脂酰胺的确认试验 (1)。但是，根据本品的表示量，取相应量 0.5 g。

纯度试验

(1) 溶状 根据本品的表示量，取聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐对应量

1.0 g, 加水溶解成为 10 ml, 冷却至 0° 时, 液体呈透明状态。

(2) 液性 根据本品的表示量, 取聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐 对应量 1.0 g, 加水溶解成为 100 ml 溶液, 液体呈中性。

(3) 石油醚可溶物 根据本品的表示量, 取聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐 对应量 5.0 g, 加水溶解成为 100 ml。在此液中加入乙醇 100 ml, 并移置于分液漏斗中, 用石油醚萃取 3 次, 每次用 50 ml, 如果液体产生乳化现象使分层困难时, 可加氯化钠。将石油醚萃出液合并, 用水洗 3 次, 每次用水 50 ml, 然后在水浴上将石油醚馏去。残留物在 105° 干燥 15 分钟后, 称取重量时, 其限度为本品表示量的 10% 以下。

定量法 根据阴离子表面活性剂定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.004 mol/L 月桂基硫酸钠液 1 ml

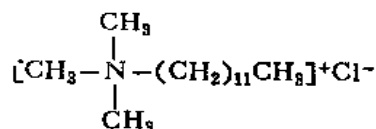
$$= 0.004 \times (415.58 + 44.05 n) \text{ mg C}_{18}\text{H}_{41}\text{NO}_7\text{S} \cdot (\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$$

这里, n : 表示附加环氧乙烷的分子数。

(二) 阳离子表面活性剂

1. 十二烷基三甲基氯化铵

Lauryltrimethylammonium Chloride



$\text{C}_{15}\text{H}_{34}\text{ClN}$; 263.89

本品主要成分为十二烷基三甲基氯化铵, 通常还含有异丙醇、乙醇、水或它们的混合液。本品定量时, 以十二烷基三甲基氯化铵 ($\text{C}_{15}\text{H}_{34}\text{ClN}$) 为其表示量, 含量为 90~110%。

性 状 本品为白色~淡黄色液体, 有特异气味。

确认试验 (1) 按本品表示量, 取十二烷基三甲基氯化铵 5 g 的对应量, 加水 100 ml, 加温溶解时, 液体是透明的。

(2) 按本品表示量, 取十二烷基三甲基氯化铵 0.1 g 的对应量, 加氯仿 5 ml 和溴酚蓝-氢氧化钠试液 5 ml, 强烈摇荡混合时, 分离出来的氯仿层呈蔚蓝色。

(3) 按本品表示量, 取十二烷基三甲基氯化铵 1 g 的对应量, 加乙醇 20 ml, 加热溶解时, 液体呈氯化物的定性反应。

(4) 按本品表示量, 取十二烷基三甲基氯化铵 1 g 的对应量, 加气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g 和异丙醇配成 10 ml, 在水浴上加温溶解, 取此液 1 μl 作为试验溶液, 按如下操作条件进行气相色谱法操作, 试验进行时, 十二烷基三甲基氯化铵的主峰相对于硬脂基三甲基氯化铵主峰的相对保留时间

为 0.3~0.4。这里，硬脂基三甲基氯化铵主峰的决定，是取用气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g，用同样操作所得的液体作为试验溶液，在同样的操作条件下进行气相色谱法操作试验决定的。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离柱：内径 3 mm，管子长度 2 m，使用气相色谱用聚甲基硅氧烷（GE-SE 30）以 5% 的比例将 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土被覆，用这种被覆物充填管子。

分离柱温度：110~290°。

升温速度：每分钟 7~8°。

载体气体和流速：氮，以每分钟 30 ml 左右的一定量，在硬脂基三甲基氯化铵主峰出现后 9~11 分钟进行调整。

纯度试验

(1) 液性 按本品表示量，取对应量十二烷基三甲基氯化铵 0.10 g，加入新煮沸的冷却水，加温溶解，制成 10 ml 的液体，加百里酚蓝试液 2 滴时，液体呈黄色。

(2) 铵盐 按本品表示量，取十二烷基三甲基氯化铵 0.1 g 的对应量，加水 5 ml，加温溶解，加氢氧化钠试液 3 ml 煮沸时，发生的气体，对润湿的红色石蕊试纸不变蓝色。

(3) 重金属 按本品表示量，取十二烷基三甲基氯化铵 1 g 的对应量，慢慢加热灰化。冷后，加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴，加热至产生白烟为止，然后在 450~500° 灼烧灰化。冷后，加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 3 滴润湿，加热水 10 ml，加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，加氨试液至液体呈微弱的红色。然后，加稀醋酸 2 ml。如有必要时进行过滤，残留物用水 10 ml 洗涤，将洗液和滤液合并，加水配成 50 ml。以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 按本品表示量，取十二烷基三甲基氯化铵 1.0 g 的对应量，加硝酸镁-乙醇溶液（1→50）10 ml，将乙醇点火燃烧后，慢慢加热，然后以 450~500° 灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 3 ml，在水浴上加温溶解，以此作为试验溶液，用装置 C 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

灼烧残分

1% 以下（第 1 法，对于 1 g 的对应量）。

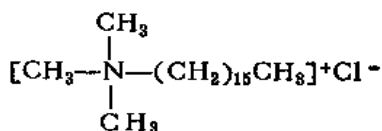
定量法

按本品表示量，取十二烷基三甲基氯化铵约 1 g 的对应量，精确称量，适用硬脂基三甲基氯化铵的定量法进行定量。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 39.584 mgC₁₅H₃₄ClN

2. 十六烷基三甲基氯化铵

Cetyltrimethylammonium Chloride



$\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{ClN}$, 320.00

本品主成分为十六烷基三甲基氯化铵，通常含有异丙醇、乙醇、水或其混合液。本品定量时，作为表示量的十六烷基三甲基氯化铵 ($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{ClN}$) 含量为表示量的 90~110%。

性 状 确认试验

本品为白色~淡黄色液体，为凡士林状或蜡状物质，有特异的气味。

(1) 按本品的表示量，取十六烷基三甲基氯化铵 0.1 g 的对应量，加水 100 ml，加温溶解时，液体是透明的。

(2) 按本品的表示量，取十六烷基三甲基氯化铵 0.1 g 的对应量，加入氯仿 5 ml 和溴酚蓝-氢氧化钠试液 5 ml，强烈振荡混合时，分离出来的氯仿层呈蔚蓝色。

(3) 按本品的表示量，取十六烷基三甲基氯化铵 1 g 的对应量，加乙醇 20 ml，加热溶解时，液体呈氯化物的定性反应。

(4) 按本品的表示量，取十六烷基三甲基氯化铵 1 g 的对应量，加气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g 和异丙醇配成 10 ml，在水浴上加温溶解，取此液 1 μl 作为试验溶液，按如下操作条件进行气相色谱法操作，试验进行时，十六烷基三甲基氯化铵的主峰相对于硬脂基三甲基氯化铵主峰的相对保留时间为 0.7~0.8。这里，硬脂基三甲基氯化铵主峰的决定，是取用气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g，用同样操作所得的液体作为试验溶液，在同样的操作条件下进行气相色谱法操作试验决定的。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离柱：内径 3 mm，管子长度 2 m，使用气相色谱用聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30) 以 5% 的比例将 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土被覆，用这种被覆物充填管子。

分离柱温度：110→290°。

升温速度：每分钟 7~8°。

载体气体及流速：氮，以每分钟 30 ml 左右的一定量，在硬脂基三甲基氯化铵主峰出现后 9~11 分钟进行调整。

纯度试验

(1) 液性 按本品表示量，取对应量十六烷基三甲基氯化铵 0.10 g，加入新煮沸的冷却水，加温溶解，制成 10 ml 的液体，加百里酚蓝试液 2 滴时，液体呈黄色。

(2) 铵盐 按本品表示量, 取十六烷基三甲基氯化铵 0.1 g 的对应量, 加水 5 ml, 加温溶解, 加氢氧化钠试液 3 ml 煮沸时, 发生的气体, 对润湿的红色石蕊试纸不变蓝色。

(3) 重金属 按本品表示量, 取十六烷基三甲基氯化铵 1 g 的对应量, 慢慢加热灰化。冷后, 加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴, 加热至产生白烟为止, 然后在 450~500° 灼烧灰化。冷后, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 3 滴润湿, 加热水 10 ml, 加温 2 分钟。冷后, 加酚酞试液 1 滴, 加氨试液至液体呈微弱的红色。然后, 加稀醋酸 2 ml, 如有必要时进行过滤, 残留物用水 10 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水配成 50 ml。以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 按本品表示量, 取十六烷基三甲基氯化铵 1.0 g 的对应量, 加硝酸镁-乙醇溶液(1→50) 10 ml, 将乙醇点火燃烧后, 慢慢加热, 然后以 450~500° 灼烧灰化。冷后, 残留物加稀盐酸 3 ml, 在水浴上加温溶解, 以此作为试验溶液, 用装置 C 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

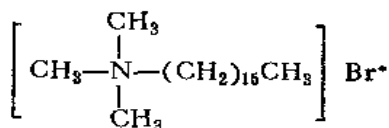
灼烧残分 1% 以下 (第 1 法, 对于 1 g 的对应量)。

定量法 按本品表示量, 取十六烷基三甲基氯化铵约 1 g 的对应量, 精确称量, 适用硬脂基三甲基氯化铵的定量法进行定量。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 48.0 mg C₁₉H₄₂ClN

3. 十六烷基三甲基溴化铵

Cetyltrimethylammonium Bromide



C₁₉H₄₂BrN, 384.45

本品主成分为十六烷基三甲基溴化铵, 通常含有异丙醇、乙醇、水或它们的混合物。本品定量时, 十六烷基三甲基溴化铵 (C₁₉H₄₂BrN) 为表示量的含量为 90~110%。

性状 本品为白色~淡黄色液体, 或为蜡状物质, 有特异气味。

确认试验 (1) 按本品的表示量, 取十六烷基三甲基溴化铵 0.1 g 的对应量, 加水 100 ml, 加温溶解时, 液体是透明的。

(2) 按本品的表示量, 取十六烷基三甲基溴化铵 0.1 g 的对应量, 加氯仿 5 ml 和溴酚蓝-氢氧化钠试液 5 ml, 强烈摇荡混合时, 分层出来的氯仿层呈蔚蓝色。

(3) 按本品的表示量, 取十六烷基三甲基溴化铵 1 g 的对应量, 如有必要在水浴上浓缩成 1 ml, 加硫酸 5 ml 加热时, 有褐色气体发生。此外, 将此气

体通入硝酸银试液时，液体发生白浊。

(4) 按本品的表示量，取十六烷基三甲基溴化铵 1 g 的对应量，加气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g 和异丙醇配成 10 ml，在水浴上加温溶解，取此液 1 μ l 作为试验溶液，按如下操作条件进行气相色谱法操作，试验进行时，十六烷基三甲基溴化铵的主峰相对于硬脂基三甲基氯化铵主峰的相对保留时间为 0.7~0.8。这里，硬脂基三甲基氯化铵主峰的决定，是取用气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g，用同样操作所得的液体作为试验溶液，在同样的操作条件下进行气相色谱法操作试验决定的。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离柱：内径 3 mm，管子长度 2 m，使用气相色谱用聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30)，以 5% 的比例将 177~250 μ m 的气相色谱用硅藻土被覆，用这种被覆物充填管子。

分离柱温度：110→290°。

升温速度：每分钟 7~8°。

载体气体及其流速：氮，以每分钟 30 ml 左右的一定量，在硬脂基三甲基氯化铵主峰出现后 9~11 分钟进行调整。

纯度试验

(1) 液性 按本品表示量，取十六烷基三甲基溴化铵 0.10 g 的对应量，加入新煮沸的冷却水，加温溶解，制成 10 ml 的液体，加百里酚蓝试液 2 滴时，液体呈黄色。

(2) 铵盐 按本品表示量，取十六烷基三甲基溴化铵 0.1 g 的对应量，加水 5 ml，加温溶解，加氢氧化钠试液 3 ml 煮沸时，发生的气体，对润湿的红色石蕊试纸不变蓝色。

(3) 重金属 按本品表示量，取十六烷基三甲基溴化铵 1 g 的对应量，慢慢加热灰化。冷后，加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴，加热至产生白烟为止。然后在 450~500°灼烧灰化。冷后，加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 3 滴润湿，加热水 10 ml，加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，加氨试液至液体呈微弱的红色。然后，加稀醋酸 2 ml，如有必要进行过滤，残留物用水 10 ml 洗涤，将洗液和滤液合并，加水配成 50 ml。以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 按本品表示量，取十六烷基三甲基溴化铵 1.0 g 的对应量，加硝酸镁-乙醇溶液 (1→50) 10 ml，将乙醇点火燃烧后，慢慢加热，然后以 450~500°灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 3 ml，在水浴上加温溶解，以此作为试验溶液，用装置 C 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

灼烧残分

1% 以下 (第 1 法，对于 3 g 的对应量)。

定量法

按本品表示量，取十六烷基三甲基溴化铵约 1 g 的对应量，精确称量，适用硬脂基三甲基氯化铵的定量法进行定量。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 54.67 mg $C_{19}H_{42}BrN$

4. 烷基三甲基氯化铵

Alkyltrimethylammonium Chloride

$C_{24}H_{52}ClN$; 390.13

本品以 $[RN(CH_3)_3]Cl$ 表示, R 的主要组成为 $C_{20}H_{41} \sim C_{22}H_{45}$ 。产品中通常含有异丙醇、乙醇、丙二醇、水或它们的混合液。本品定量时,以烷基三甲基氯化铵 ($C_{24}H_{52}ClN$) 为其表示量,含量为 90~110%。

性 状

本品为白色~淡黄色的蜡状物,有特异的气味。

确认试验

(1) 按本品表示量,取对应量烷基三甲基氯化铵 1 g,加水 100 ml,加温溶解时,液体是透明的。

(2) 按本品表示量,取对应量烷基三甲基氯化铵 0.1 g,加氯仿 5 ml 和溴酚蓝-氢氧化钠试液 5 ml,强烈振荡混合时,其分离的氯仿层,呈蔚蓝色。

(3) 按本品表示量,取对应量烷基三甲基氯化铵 1 g,加乙醇 20 ml,加热溶解后的液体,呈氯化物的定性反应。

(4) 按本品表示量,取对应量烷基三甲基氯化铵 1 g,加气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g 和异丙醇配成 10 ml,在水浴上加温溶解,取此液 1 μ l 作为试验溶液,按照如下的操作条件进行气相色谱法操作,试验进行时,烷基三甲基氯化铵的主峰相对于硬脂基三甲基氯化铵主峰的相对保持时间为 1.2~1.3 和 1.4~1.5。这里,硬脂基三甲基氯化铵主峰的决定,是取用气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵 1 g,用同样操作所得的液体作为试验溶液,在同样的操作条件下进行气相色谱法操作试验决定的。

操作条件

检出器:氢焰离子化检出器。

分离管:内径 3 mm,管子长度 2 m,使用气相色谱用聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30),以 5% 的比例将 177~250 μ m 的气相色谱用硅藻土被覆,用这种被覆物充填管子。

分离管温度:110→290°。

升温速度:每分钟 7~8°。

载体气体及其流速:氮,以每分钟 30 ml 左右的一定量,在硬脂基三甲基氯化铵主峰出现后 9~11 分钟进行调整。

纯度试验

(1) 液性 按本品表示量,取对应量烷基三甲基氯化铵 0.1 g,加入新煮沸的冷却水,加温溶解,制成 10 ml 的液体,加百里酚蓝试液 2 滴时,液体呈黄色。

(2) 铵盐 按本品表示量,取对应量烷基三甲基氯化铵 0.1 g,加水 5 ml,加温溶解,加氢氧化钠试液 3 ml 煮沸时,发生的气体,对润湿的红色石蕊试纸不变蓝色。

(3) 重金属 按本品表示量, 取对应量烷基三甲基氯化铵 1.0 g, 慢慢加热灰化。冷后, 加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴, 加热至产生白烟为止, 然后在 450~500° 灼烧灰化。冷后, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 3 滴润湿, 加热水 10 ml, 加温 2 分钟。冷后, 加酚酞试液 1 滴, 加氨试液至液体呈微弱的红色。然后, 加稀醋酸 2 ml, 如有必要时进行过滤, 残留物用水 10 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水配成 50 ml。以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 按本品表示量, 取对应量烷基三甲基氯化铵 1.0 g, 加硝酸镁、乙醇溶液 (1→50) 10 ml, 将乙醇点火燃烧后, 慢慢加热, 然后以 450~500° 灼烧灰化。冷后, 残留物加稀盐酸 3 ml, 在水浴上加温溶解, 以此作为试验溶液, 用装置 C 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

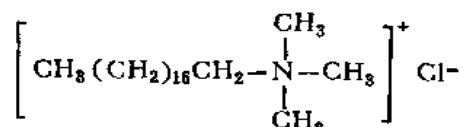
灼烧残分 1% 以下 (第 1 法, 对于 1 g 的对应量)。

定量法 按本品表示量, 取对应量烷基三甲基氯化铵约 1 g, 精确称量, 适用硬脂基三甲基氯化铵的定量法进行定量。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 58.52 mg C₂₁H₄₅ClN

5. 硬脂基三甲基氯化铵

Stearyltrimethylammonium Chloride



C₂₁H₄₅ClN, 348.05

本品以硬脂基三甲基氯化铵为主要成分, 通常为含有异丙醇、乙醇和水的混合液。本品定量时, 含硬脂基三甲基氯化铵 (C₂₁H₄₅ClN) 为相应表示量的 90~110%。

性 状 本品为白色~淡黄色有液体或象凡士林样的物质, 有特殊的气味。

确认试验 (1) 按本品表示量取相应的硬脂基三甲基氯化铵 5 g, 加 100 ml 水加热时, 溶解成透明的液体。

(2) 适用二硬脂基二甲基氯化铵的特性试验 (2) 及 (3)。

纯度试验 (1) 液性 按本品的表示量取相应的硬脂基三甲基氯化铵 0.1 g, 加新煮沸冷却的蒸馏水加热溶解并加至 10 ml, 该溶液加百里酚蓝试液 2 滴, 此时液体呈黄色。

(2) 铵盐 允许用二硬脂基二甲基氯化铵的纯度试验 (2)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法, 相应的硬脂基三甲基氯化铵 1 g)。

定量法 按本品的表示量, 精确称取相应的硬脂基三甲基氯化铵 1 g 加乙醇 10 ml 及水 50 ml, 加热溶解, 转移到 200 ml 的容量瓶中, 适用二硬脂基二甲基氯化铵的定量法。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 52.21 mg $C_{21}H_{45}ClN$

6. 硬脂基二甲基苄基氯化铵
Stearyl dimethylbenzylammonium Chloride

$C_{27}H_{50}ClN$; 424.15

本品用 $[C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$ 表示, R 主要是 $C_{18}H_{37}$, 本品干燥后定量时, 作为硬脂基二甲基苄基氯化铵 ($C_{27}H_{50}ClN$) 的含量为 90.0~105.0%。

性 状

本品为白色~淡黄色的粉末或固体, 有特殊的气味。

确认试验

(1) 将本品在 60℃ 下减压干燥 3 小时, 取 1 g 加水 50 ml, 加热溶解至透明后冷却到常温。在此溶液中加入氯化钠试液 5 ml, 放置 5 分钟后, 液体产生白色混浊。

(2) 在 0.1 g 本品中加入氯仿 5 ml 及溴酚蓝-氢氧化钠 5 ml, 剧烈振荡混匀后, 分离出的氯仿层呈现蓝色。

(3) 在 0.2 g 本品中加入硫酸 1 ml 溶解, 加硝酸钠 0.1 g 在水浴上加热 5 分钟。冷却后, 加水 10 ml 及锌粉 0.5 g 再在水浴上加热 5 分钟。取上面澄清液 2 ml, 用冰水冷却, 加亚硝酸钠试液 0.5 ml 摇匀后, 加 β -萘酚试液 1 ml, 此时液体大致现红色。

(4) 在 1 g 本品中加入乙醇 20 ml, 加热溶解时液体呈氯化物的定性反应。

pH

取本品 1.0 g, 加新煮沸冷却的去离子水, 加热溶解并加至 100 ml, 该液的 pH 值为 3.0~7.0。

纯度试验

(1) 铵盐 取本品 0.1 g, 适用二硬脂基二甲基氯化铵的纯度试验 (2)。

(2) 石油醚可溶物 精确称取本品约 2 g, 加乙醇 50 ml, 加热溶解, 再加水 50 ml 移入分液漏斗中。每次用石油醚 50 ml 抽提 3 次。将石油醚抽提液合并, 每次用 50 ml 稀乙醇洗涤 3 次, 在水浴上蒸除石油醚, 将残留物在 105° 下烘 15 分钟称重, 其允许范围在 5% 以下。

干燥减量

20% 以下 (0.5 g, 减压, 60°, 3 小时)。

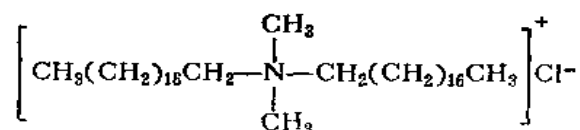
定量法

将本品干燥, 精确称取约 1 g, 加水 50 ml 加热溶解, 然后转移到 200 ml 容量瓶中, 加醋酸钠 25 g 及醋酸 22 ml 中加水至 100 ml 的混合液 8 ml。边充分振摇边准确的加铁氰化钾溶液 50 ml 并加水至 200 ml, 再充分摇匀放置 1 小时, 然后, 用干燥滤纸过滤, 舍弃开始的 200 ml 滤液, 准确接取后边的滤液 100 ml, 放入 250 ml 碘瓶中, 加碘化钾试液 10 ml 及稀盐酸 10 ml 摇匀, 放置 1 分钟。之后再加硫酸锌溶液 (1→10) 10 ml, 充分摇匀放置 5 分钟, 其游离碘用 0.1 N 的硫代硫酸钠溶液滴定 (指示剂: 淀粉试液 2 ml)。用同样的方法做空白试验。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 63.62 mg $C_{27}H_{50}ClN$

7. 二硬脂基二甲基氯化铵

Distearyldimethylammonium Chloride



$\text{C}_{38}\text{H}_{80}\text{ClN}$; 586.51

本品主要成分为二硬脂基二甲基氯化铵。通常是含有异丙醇、乙醇和水的混合液。本品定量时，二硬脂基二甲基氯化铵 ($\text{C}_{38}\text{H}_{80}\text{ClN}$) 的含量为表示量的 90~110%。

性 状 本品为白色~淡黄色的液体或象凡士林样的物质，有特殊的气味。

确认试验 (1) 按本品的表示量称取相应的二硬脂基二甲基氯化铵 1 g，加乙醇 5 ml，加热溶成透明液。将该液加到 100 ml 水中摇匀时，溶液立即发生混浊。

(2) 按本品的表示量，称取相应的二硬脂基二甲基氯化铵 0.1 g，加氯仿 5 ml 及溴酚蓝-氢氧化钠试液 5 ml，剧烈振荡混匀，此时分离出的氯仿层现蓝色。

(3) 按本品表示量称取相应的二硬脂基二甲基氯化铵 1 g，加乙醇 20 ml，加热溶解，此时溶液呈氯化物的定性反应 (2)。

纯度试验 (1) 液性 按本品的表示量取相应的二硬脂基二甲基氯化铵 0.1 g，加新煮沸冷却的蒸馏水加热溶解并加至 10 ml，在该液中加入百里酚蓝试液 2 滴，此时溶液呈黄色。

(2) 铵盐 按本品的表示量取相应的二硬脂基二甲基氯化铵 0.1 g，加水 5 ml 加热溶解，再加 3 ml 氢氧化钠试液并煮沸，此时产生的气体不会使润湿的红色石蕊试纸变蓝。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法，相应的二硬脂基二甲基氯化铵 1 g)。

定量法 按本品的表示量，精确称取相应的二硬脂基二甲基氯化铵 1 g，加乙醇 10 ml 及水 50 ml，加热溶解并移入 200 ml 的容量瓶中，加醋酸钠 25 g 及醋酸 22 ml 中加水至 100 ml 的溶液 8 ml，一边充分振摇，一边准确的加 0.05 M 铁氰化钾溶液 50 ml，再加水至 200 ml，充分振摇混匀放置 1 小时。然后用干燥的滤纸过滤，舍弃开始的 20 ml 滤液，准确接取后边的 100 ml 滤液放入 250 ml 的碘量瓶中，加碘化钾试液 10 ml 及稀盐酸 10 ml 振摇混匀放置 1 分钟，再加硫酸锌溶液 (1→10) 10 ml，充分摇匀放置 5 分钟后，其游离碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂：淀粉试液 2 ml)。用同样方法做空白试验。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 87.98 mg $\text{C}_{38}\text{H}_{80}\text{ClN}$

8. 氯化苄鎓 Benzalkonium Chloride

$C_{22}H_{40}ClN$, 354.02

本品用 $[C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$ 表示, R 主要为 $C_{12}H_{25} \sim C_{14}H_{29}$ 的烷基。
本品定量时, 换算成脱水物, 氯化苄鎓 ($C_{22}H_{40}ClN$) 含量为 95.0~105.0%。

性 状 本品为白色~黄白色无晶形粉末或明胶状的小片, 有特殊的气味。

确认试验 (1) 在 0.2 g 本品中加硫酸 1 ml 溶解, 加硝酸钠 0.1 g 在水浴上加热 5 分钟。冷却后, 加水 10 ml 及锌末 0.5 g, 加热 5 分钟, 冷却后过滤。滤液呈芳香族伯胺的定性反应。但液体的颜色为红色。

(2) 在本品的水溶液 (1→1000) 2 ml 中, 加溴酚蓝溶液 (1→2000) 0.2 ml 及氢氧化钠试液 0.5 ml 的混合液时, 液体呈蓝色。此液中加入氯仿 4 ml 剧烈振荡时, 蓝色转到氯仿层, 分取氯仿层, 边振荡边滴加十二烷基硫酸钠溶液 (1→1000) 时, 氯仿层变为无色。

(3) 测定本品 0.1 N 盐酸溶液 (1→2000) 的吸收光谱时, 在波长 257 ± 1 nm、 262 ± 1 nm 及 268 ± 1 nm 处吸收最大。

(4) 在 1 ml 本品水溶液 (1→100) 中加 2 ml 乙醇、0.5 ml 稀硝酸 1 ml 硝酸银试液时, 有白色沉淀。再加稀硝酸沉淀也不溶解, 但加氨水试液时, 即溶解。

纯度试验 铵盐 在 0.10 g 本品中加水 5 ml 溶解, 加氢氧化钠液 3 ml 加热, 此时产生的气体不会使润湿的红色石蕊试纸变蓝。

水 分 15.0% 以下 (0.1 g)。

灼烧残分 0.02% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法 精确称取本品约 2 g, 放入 100 ml 容量瓶中, 加 50 ml 水轻轻振摇溶解, 再加水至 100 ml。取该液 50 ml, 下面准用二硬脂基氯化铵定量法的“转移到 200 ml 的容量瓶中”以下的操作程序。

0.05 mol/L 铁氰化钾 1 ml = 53.10 mg $C_{22}H_{40}ClN$

根据由此式可得到的氯化苄鎓及水分数值, 换算成相应的脱水物的重量百分率 (%)。

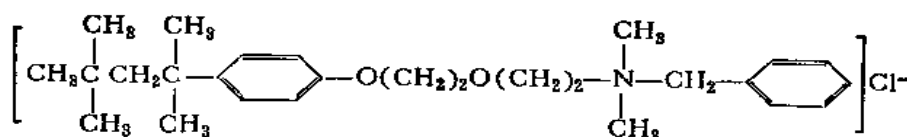
9. 氯化苄鎓液 Benzalkonium Chloride Solution

$C_{22}H_{40}ClN$, 354.02

本品用氯化苄鎓的水溶液定量时, 含氯化苄鎓 ($C_{22}H_{40}ClN$) 的量为对应表示量的 90~110%。

- 性 状** 本品为无色~淡黄色的液体，有特殊的气味。
- 确认试验** (1) 按本品的表示量取相应的氯化苄镪 0.2 g，在水浴上蒸发干涸，对后面的残留物适用氯化苄镪的特性试验 (1)。
 (2) 按本品的表示量取相应的氯化苄镪 0.01 g，加水至 10 ml，取该液 2 ml，下面适用氯化苄镪特性试验 (2)。
 (3) 按本品的表示量取相应的氯化苄镪 1 g，必要时加水或在水浴上浓缩至 10 ml，取该液 1 ml，加 0.1 N 盐酸至 200 ml，该液下面适用氯化苄镪的特性试验 (3)。
 (4) 按本品的表示量取相应的氯化苄镪 0.1 g，必要时加水或在水浴上浓缩至 10 ml，取该液 1 ml，下面适用氯化苄镪的特性试验 (4)。
- 纯度试验** 铵盐 按本品的表示量取相应的氯化苄镪 0.1 g，适用氯化苄镪的纯度试验。
- 定量法** 按本品的表示量精确称取相应的氯化苄镪约 2 g，允许用氯化苄镪的定量法。
 0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 53.1 mg C₂₂H₄₀ClN

10. 氯化苄杀镪 Benzethonium Chloride



C₂₇H₄₂ClNO₂; 448.09

本品干燥后表示定量时，氯化苄杀镪 (C₂₇H₄₂ClNO₂) 的含量在 97.0% 以上。

- 性 状** 本品为无色的结晶，没有气味。
- 确认试验** (1) 适用硬脂基二甲基苄基氯化铵特性试验 (2) (3) 及 (4)。
 (2) 在 0.02 g 本品中加 0.1 N 盐酸至 100 ml，该液在波长 263±2 nm、269±2 nm 及 275±2 nm 处有最大吸收峰。
- 纯度试验** 铵盐 允许用氯化苄镪的纯度试验。
- 干燥减量** 5.0% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称取约 0.2 g，加水 75 ml 溶解后，滴加稀盐酸 (1→2) 调至 pH 2.6~3.4，然后用 0.02 mol/L 的四苯基硼钠液滴定 (指示剂：甲基橙试液 1 滴)。液体由黄色变为红色为滴定终点。
 0.02 mol/L 四苯基硼钠液 1 ml = 8.962 mg C₂₇H₄₂ClNO₂

11. 氯化苄杀镨液 Benzethonium Chloride Solution

$C_{27}H_{42}ClNO_2$; 448.09

本品用氯化苄杀镨水溶液定量时, 含氯化苄杀镨 ($C_{27}H_{42}ClNO_2$) 的量为表示量的 90.0~110.0%。

性 状 本品为无色溶液, 没有气体。

确认试验 (1) 按本品的表示量取相应的氯化苄杀镨 0.1 g, 准用硬脂基二甲基苄基氯化铵的特性试验 (2)。

(2) 按本品的表示量取相应的氯化苄杀镨 0.2 g, 在水浴上蒸发干涸, 对残留物适用硬脂基二甲基苄基氯化铵的特性试验 (3)。

(3) 按本品的表示量取相应的氯化苄杀镨 1 g, 必要时加水或在水浴上浓缩至 10 ml, 此溶液是氯化物的定性反应。

(4) 按本品的表示量取相应的氯化苄杀镨 0.02 g, 加 0.1 N 盐酸至 100 ml, 该液在波长 263 ± 2 nm、 269 ± 2 nm 及 275 ± 2 nm 处有最大的吸收峰。

纯度试验 铵盐 按本品的表示量取相应的氯化苄杀镨 0.1 g, 必要时加水或在水浴上浓缩至 5 ml, 适用氯化苄杀镨的纯度试验。

定 量 法 按本品的表示量精确称取相应的氯化苄杀镨约 0.2 g, 适用氯化苄杀镨的定量法。

0.02 mol/L 四苯基硼钠液 1 ml = 8.962 mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

12. 氯化十六烷基吡啶鎓 Cetylpyridinium Chloride

$C_{21}H_{39}ClN$; 339.99

本品定量时, 对于换算成的脱水物含氯化十六烷基吡啶鎓 ($C_{21}H_{39}ClN$) 为 99.0~102.0%。

性 状 本品为白色的粉末或结晶, 稍有特殊的气味。

确认试验 (1) 将 0.25 g 本品放入试管中, 加热到熔融时, 变成褐色并产生吡啶样气味。

(2) 将 0.1 g 本品溶于 50 ml 水中作为试验溶液, 取 10 ml 试验液进行试验时, 呈氯化物的定性反应 (2)。

(3) 在 10 ml (2) 试验溶液中加入 10 ml 铁氰化钾溶液 (1→1000), 此时产生黄色的沉淀。

(4) 在 1 ml (2) 的试验溶液中加入饱和的硫氰酸钾水溶液 1 ml, 此时产生白色的凝胶状沉淀。

(5) 本品的乙醇溶液 (1→8000), 在波长 259 nm 附近有最大的吸收峰。

- 熔 点** 80~84° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 酸 在 0.50 g 本品中,加 50 ml 水溶解,再加酚酞试液 2 滴及 0.02 N 氢氧化钠液 2.5 ml, 此时溶液呈红色。
(2) 吡啶 将 1.0 g 本品加到 10 ml 氢氧化钠溶液 (1→10) 中, 平稳加热摇匀, 即刻嗅其气味, 没有吡啶样的气味产生。
- 水 分** 4.5~5.5% (卡尔·费休法)。
- 灼烧残分** 0.20 以下 (第 1 法, 1 g)。
- 定 量 法** 在 250 ml 带塞烧瓶中, 精确称取本品约 0.2 g, 加水 75 ml 溶解, 再加氯仿 10 ml, 溴酚蓝溶液 (1→2000) 0.4 ml 及新配制的碳酸氢钠溶液 (4.2→1000) 5 ml, 用 0.02 mol/L 四苯基硼钠液进行滴定, 在较近终点时, 加 1 滴剧烈振荡, 氯仿层的蓝色消失为滴定终点。
0.02 mol/L 四苯基硼钠液 1 ml = 6.800 mg $C_{21}H_{39}ClN$

13. 烷基异喹啉鎓溴化物溶液 Alkylisoquinolinium Bromide Solution

本品主要成分为月桂基异喹啉鎓溴化物, 溶于异丙醇、乙醇、水或它们的混合液而得到的溶液。本品定量时, 烷基异喹啉鎓溴化物的含量为表示量的 90~120% [按十二烷基异喹啉鎓溴化物 $C_{21}H_{32}BrN$, 378.39 计算]。

- 性 状** 本品为淡黄色~褐红色透明液体, 有特异气味。
- 确认试验** (1) 按本品的表示量, 取相当于烷基异喹啉鎓溴化物 1 g 的量, 必要时在水浴上浓缩至约为 1 ml, 加硫酸 5 ml 加热时, 有褐色气体发生, 此气体通入硝酸银试液时, 液体变为白浊。
(2) 按本品表示量, 取相当于烷基异喹啉鎓溴化物 0.01 g 的量, 加乙醇至 100 ml。取此液 5 ml, 加乙醇至 100 ml, 此液在波长 233 ± 2 nm 有极大吸收峰。
- pH** 按本品的表示量, 取相当于烷基异喹啉鎓溴化物 1.0 g 的量, 加新煮沸的冷却水加温溶解成为 100 ml, 液体的 pH 为 4.0~6.0。
- 纯度试验** 石油醚可溶物 按本品的表示量, 精确称取相当于烷基异喹啉鎓溴化物约 5 g 的量, 加乙醇 50 ml, 振荡混合, 再加水 50 ml 转移至分液漏斗中, 用石油醚萃取, 每次用石油醚 30 ml, 萃取 3 次, 将萃出液合并。用稀释乙醇 (4→10) 洗 3 次, 每次用乙醇 30 ml。洗后石油醚萃出液在水浴上馏去石油醚后, 残留物在 105°干燥 15 分钟, 称取其重量, 其量在烷基异喹啉鎓溴化物量的 7% 以下。
- 定 量 法** 按本品表示量, 精确称取相当于烷基异喹啉鎓溴化物约 1 g 的量, 加非水滴定用冰醋酸 150 ml, 振荡混合后, 加非水滴定用醋酸汞 10 ml, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 结晶紫试液 2 滴)。滴定的终点为液体从紫色变为蓝色之点。

用不加非水滴定用醋酸汞的试料进行同样的操作。按下式求含量:

烷基异噻啉鎓溴化物($C_{21}H_{32}BrN$ 计)的含量(%) =

$$\left(\frac{A'}{A} - \frac{B'}{B} \right) \times 3.7840$$

A: 加醋酸汞试液时的试料量 (g);

A': 加醋酸汞试液时 0.1 N 过氯酸消耗量 (ml);

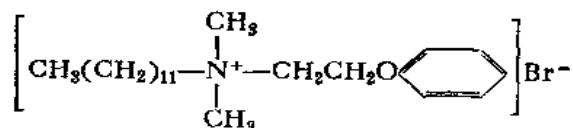
B: 不加醋酸汞试液时的试料量 (g);

B': 不加醋酸汞试液时的 0.1 N 过氯酸消耗量 (ml)。

14. 杜米吩溴化物

Domiphen Bromide

溴化十二烷基二甲基-2-苯氧乙基铵



$C_{22}H_{40}BrNO$, 414.47

本品主成分为杜米吩溴化物。本品干燥物定量时, 杜米吩溴化物 ($C_{22}H_{40}BrNO$) 含量为 95.0~105.0%。

性 状 本品为白色~微黄色的结晶性粉末, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 10 mg 加水 10 ml 溶解, 加曙红溶液 (1→200) 0.1 ml 和水 100 ml 时, 液体呈红色。

(2) 本品的水溶液 (1→20) 呈溴化物的定性反应。

(3) 本品 0.02 g 加 0.01 N 盐酸至 100 ml, 此液在波长 268 ± 2 nm 和 274 ± 2 nm 有极大吸收部。

熔 点 105~116° (第 1 法)。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸的冷却水 100 ml 溶解, 液体的 pH 为 6.4~7.6。

纯度试验 (1) 溶状 本品 5.0 g 加水 10 ml 溶解时, 液体澄明。

(2) 铵盐 本品 0.10 g 加水 5 ml 溶解, 加氢氧化钠试液 3 ml 加热时, 发生的气体接触润湿的红色石蕊试纸不变为蓝色。

干燥减量 5.0% 以下 (2 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称取约 2 g, 置于 100 ml 量瓶中, 加水 50 ml, 平稳地摇动使它溶解, 加水至 100 ml。取此液 50 ml, 以下适用硬脂基二甲基苄基氯化铵的定量法“置于 200 ml 量瓶中”以后的操作。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 62.17 g $C_{22}H_{40}BrNO$

(三) 两性表面活性剂

1. 月桂基二甲基氨基乙酸甜菜碱

Lauryl Dimethylamino acetic Acid Betaine

本品主成分为月桂基二甲基氨基乙酸甜菜碱，通常其溶液中含有异丙醇、乙醇、水的混合溶液。

性 状 本品为无色~淡黄色透明液体，或为凡士林样物质，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用 2-烷基-N-羧甲基-N-羟乙基咪唑啉甜菜碱的确认试验 (1) (2) 和 (3)。

(2) 取 (1) 的试验溶液 1 ml，加水 4 ml，在此液中，加入溴试液 1.5 ml，产生黄色沉淀。将此液加温时，沉淀溶解，变为黄色液体。

纯度试验 (1) 石油醚可溶物 适用 β -月桂基氨基丙酸钠的纯度试验 (1)。

(2) 乙醇不溶物 精确称取本品 3 g，加乙醇 100 ml，装上回流冷凝器在水浴上煮沸 1 小时，煮沸时屡屡振荡摇动，使用已知重量的坩埚型玻璃过滤器 (1 G 3) 过滤，残留物用温乙醇 100 ml 洗涤后，在 105°干燥 4 小时，称重。其限度为残留物在 10.0% 以下。

2. 2-烷基-N-羧甲基-N-羟乙基咪唑啉甜菜碱

2-Alkyl-N-Carboxymethyl-N-Hydroxyethyl Imidazolinium Betaine

本品主要是 1-羟乙基咪唑啉在第 2 位上有碳数为 11~17 正烷基，经羧甲基化而得到，通常是含有异丙醇、乙醇、水的混合液。

性 状 本品为淡黄色~黄褐色的液体或象凡士林那样的物质，稍有特殊的气味。

确认试验 (1) 相应称取本品 5 g，加水到 100 ml 作为试验溶液，取该试验液 1 滴加氯仿 5 ml，溴酚蓝试液 5 ml 及稀盐酸 1 ml，剧烈振荡，此时氯仿层呈现黄色。

(2) 取 (1) 试液 1 滴，加亚甲基蓝试液 5 ml，氢氧化钠液 1 ml 及氯仿 5 ml，剧烈振荡，此时氯仿层呈现蓝紫色。

(3) 将本品在 105°下干燥 4 小时，取 0.5 g，加氧化钙 1.0 g 加热，此时产生气体使润湿的红色石蕊试纸变蓝。

(4) 取 (1) 试液 1 ml，加水 4 ml，再加氯化亚钴溶液 (1→100) 2 ml，此时产生白色沉淀。

纯度试验 石油醚可溶物 精确称取本品约 10 g，加水 100 ml 及乙醇 100 ml 溶解，移入分液漏斗中，每次用 50 ml 石油醚萃取 3 次。若液体乳化难以分层时，可加氯化钠。将石油醚萃取液合并，再每次用 50 ml 水洗涤 3 次，在水浴上将石油醚蒸除，将残留物在 105°下干燥 15 分钟后称量。允许范围应在将本品于 105°下干燥 4 小时后其重量的 5% 以下。

(四) 非离子表面活性剂

1. 椰子油脂肪酸单乙醇酰胺

Coconut Fatty Acid Monoethanolamide

本品为椰子油脂肪酸和等当量的乙醇胺缩合所得的烷基醇酰胺。

性 状 本品为白色~淡黄色的蜡状物质，几乎没有气味。

确认试验 (1) 本品 0.05 g 和氧化钙 0.1 g 放入小试管中混合，慢慢加热时，发生的气体，使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

(2) 本品 1 g 加盐酸羟胺-百里酚酞试液 2 ml 溶解，滴加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 至液体呈蓝色为止后，再加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 0.5 ml，在水浴上加热并追加失去的甲醇，加热 10 分钟。冷后，滴加盐酸-甲醇溶液 (1→5) 使液体的蓝色消失为止，再加氯化铁试液 2 滴和盐酸-甲醇溶液 (1→5) 1 ml 时，液体呈紫色~红紫色。

(3) 本品 3 g 加稀释盐酸 (3→5) 60 ml，装好回流冷却器，加热煮沸并时时摇动 3 小时。冷后，用乙醚每次 100 ml 抽出 2 次。将乙醚抽出液合并，用水洗涤，每次用水 50 ml，洗至洗液加甲基橙试液 5 滴不呈红色为止。将它转移至干燥过的容器中，加无水硫酸钠 5 g 并摇动混合，放置 30 分钟后过滤，滤液在水浴上加热馏去乙醚。残留物在 70°干燥 30 分钟，冷后，测定其熔点时 (第 2 法) 为 22~35°。

(4) (3) 的乙醚抽出后水层，加水配成 60 ml，取其 10 ml，在水浴上蒸发干涸除去游离盐酸。取残留物 0.02 g，加甲醇 10 ml 溶解，以此作为试验溶液。另外，取乙醇胺 0.02 g，加甲醇 10 ml 溶解，作为标准溶液。试验溶液和标准溶液各 5.0 μl，在薄层上作斑点，用氯仿、甲醇和浓氨水的混合液 (13:7:2) 作为展开溶剂按薄层色谱法进行试验。将薄层板风干，放置于用碘饱和的密闭容器中时，可认出黄褐色的斑点，其主要斑点的 R_f 值，和标准溶液的主要斑点的 R_f 值相等。

pH 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解，加新煮沸的冷却水 100 ml，液体的 pH 为 8.0~10.0。

熔 点 65~75° (第 4 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.5 g 加乙醇 25 ml，加热溶解时，液体几乎是澄明的。

(2) 游离胺价 精密称量本品约 5 g，加乙醇 50 ml 和溴酚蓝试液 1 ml 溶解，用 0.5 N 盐酸滴定至液体呈绿色为止。用同样的方法进行空白试验，以作修正。

$$\text{游离胺价} = \frac{0.5 \text{ N 盐酸的消耗量 (ml)}}{\text{试料的量 (g)}} \times 28.053$$

游离胺价在 13 以下。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 50 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 2 法, 3 g)。

2. 椰子油脂肪酸二乙醇酰胺

Coconut Fatty Acid Diethanolamide

本品为椰子油脂肪酸和等当量的二乙醇胺缩合所得的烷醇酰胺。

性 状 本品为淡黄色~黄色液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加水 50 ml 溶解, 加入纳氏 (Nessler) 试液 4 ml 时, 产生白色~黄色沉淀。

(2) 本品 1 g, 加盐酸羟胺-百里酚酞试液 2 ml 溶解后, 滴加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 至液体呈蓝色后, 再加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 0.5 ml, 在水浴上加热 30 秒钟。冷后, 滴加盐酸-甲醇溶液 (1→5) 至蓝色消失为止, 再加氯化铁试液 2 滴和盐酸-甲醇溶液 (1→5) 1 ml 时, 液体呈紫色~红紫色。

pH 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解, 加新煮沸后冷却的水至 100 ml, 溶液的 pH 值为 9.0~10.7。

纯度试验 (1) 脂肪酸的熔点 本品 3 g 加稀释盐酸 (3→5) 60 ml, 装上回流冷凝器煮沸 3 小时, 煮时屡屡摇动。冷后, 用乙醚萃取 2 次, 每次 100 ml, 将乙醚萃出液合并, 用水洗涤, 每次用水 50 ml, 洗至洗液滴入甲基橙试液 5 滴不呈红色为止。将它转移到干燥容器中, 加无水硫酸钠 5 g 振荡混合, 放置 30 分钟后, 过滤, 滤液在水浴上加热将乙醚馏去, 残留物在 70°干燥 30 分钟, 测定熔点时 (第 2 法) 为 23~35°。

(2) 游离胺价 精确称量本品约 5 g, 加乙醇 50 ml 和溴酚蓝试液 1 ml, 溶解后用 0.5 N 盐酸滴定至液体呈绿色为止。

用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

$$\text{游离胺价} = \frac{0.5 \text{ N 盐酸的消耗量 (ml)}}{\text{试料重量 (g)}} \times 28.053$$

游离胺价在 40 以下。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 2 法, 3 g)。

3. 月桂酸二乙醇酰胺

Lauric Acid Diethanolamide

本品为月桂酸和等当量的二乙醇胺缩合所得的烷醇酰胺。

性 状 本品为白色~淡黄色的蜡样块, 稍有特异的气味。

确认试验	适用椰子油脂肪酸二乙醇酰胺的确认试验。
熔 点	37~47° (第2法)。
pH	本品1.0 g加10 ml乙醇溶解, 加新煮沸后冷却的水至100 ml, 液体的pH为9.0~10.7。
纯度试验	(1) 脂肪酸的熔点 适用椰子油脂肪酸二乙醇酰胺纯度试验(1), 但熔点为35~44°。 (2) 游离胺价 适用椰子油脂肪酸二乙醇酰胺的纯度试验(2) 但游离胺价在35以下。
灼烧残分	1.0%以下 (第2法, 3 g)。

4. 硬脂酸乙醇酰胺

Stearic Acid Monoethanolamide

性 状	本品主要成分为硬脂酸和等当量的乙醇胺缩合而得的烷基醇酰胺。
确认试验	<p>本品为白色~淡黄白色的粉末, 粒子或块, 几乎没有气味。</p> <p>(1) 本品0.05 g和氧化钙0.1 g混合放入小试验管中, 慢慢加热, 发生的气体, 使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。</p> <p>(2) 本品1 g加盐酸羟胺-百里酚酞试液2 ml溶解, 滴加氢氧化钾-甲醇溶液(2→25)至液体呈蓝色后, 再加氢氧化钾-甲醇溶液(2→25)0.5 ml, 在水浴上加热30秒钟。冷后, 滴加盐酸-甲醇溶液(1→5)至液体的蓝色消失为止。再加氯化铁试液2滴和盐酸-甲醇溶液(1→5)0.7 ml时, 液体呈紫色~紫红色。</p> <p>(3) 本品3 g加稀释盐酸(3→5)60 ml, 装好回流冷却器, 屡屡摇动并煮沸3小时。冷后, 用乙醚抽出2次, 每次用乙醚100 ml。将乙醚抽出液合并, 在水浴上加热将乙醚馏去。对此, 加入硫酸-甲醇溶液(1→100)60 ml, 装好回流冷却器, 在屡屡摇动的同时煮沸1小时。冷后, 加水100 ml, 用乙醚抽取2次, 每次100 ml。将乙醚抽出液合并, 用水洗每次用水50 ml, 洗至洗液加5滴甲基橙试液不呈红色为止。将抽出液移于干燥过的容器, 加无水硫酸钠5 g摇动混合, 放置30分钟后过滤, 将滤液置于水浴上, 在氮气流下加热将乙醚馏去。取残留物0.5 g加苯1 ml溶解, 作为试验溶液。另外, 取气相色谱用硬脂酸甲酯0.5 g加苯1 ml溶解, 作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液0.5~2 μl, 在下述操作条件下进行气相色谱法试验时, 除了溶剂峰以外, 试验溶液的主要峰之一, 与标准溶液的主要峰一致。</p> <p>操作条件</p> <p>检出器: 氢焰离子化检出器。</p> <p>分离柱: 内径2~3 mm, 长度1~3 m, 使用177~250 (或149~177) μm的硅烷处理过的气相色谱用硅藻土, 以10~20%的比例用琥珀酸二甘醇聚酯被覆后充填。</p>

分离柱温度：200°附近的一定温度。载体气体及流量：氮，每分钟约 50 ml 的一定量。

(4) (3) 的乙醚抽出后水层加水配成 60 ml，取其 10 ml，在水浴上蒸发干涸除去游离盐酸。取残留物 0.02 g，加甲醇 10 ml 溶解，以此作为试验溶液。另外，取二乙醇胺 0.02 g，加甲醇 10 ml 溶解，作为标准溶液。各取 5.0 μl 的试验溶液和标准溶液，在薄层上进行色谱斑点分析，使用氯仿、甲醇和浓氨水的混合液 (13:7:2) 作为展开溶剂。将薄层板风干，放置于用碘饱和的密闭容器中时，可以看出黄褐色的斑点。其主要斑点的 R_f 值，与标准溶液的主要斑点的 R_f 值相等。

熔 点 90~95° (第 4 法)。

pH 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解，加新煮沸的冷却水 100 ml，液体的 pH 为 9.0~10.7。

纯度试验 (1) 游离胺价 精密称量本品约 5 g，加乙醇 50 ml 和溴酚蓝试液 1 ml 溶解，用 0.5 N 盐酸滴定至液体呈绿色。用同样的方法进行空白试验，以作修正。

$$\text{游离胺价} = \frac{0.5 \text{ N 盐酸的消耗量 (ml)}}{\text{试料的量 (g)}} \times 28.053$$

游离胺价，在 13 以下。

(2) 重金属 取本品 1.0 g，慢慢加热灰化。冷后，加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴，加热至白烟发生为止后，在 450~500°灼烧灰化。冷后，加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 3 滴润湿，加热水 10 ml 加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，加氨试液至液体呈微红色为止。然后加稀醋酸 2 ml，如有必要时过滤，残留物用 10 ml 水洗，将洗液和滤液合并，加水配成 50 ml，以此液作为试验溶液按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 1.0 g，加硝酸镁-乙醇溶液 (1→50) 10 ml，将乙醇点火燃烧后，慢慢加热，然后在 450~500°灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 3 ml 在水浴上加温溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

灼烧残分 1% 以下 (第 2 法，3 g)。

5. 硬脂酸二乙醇酰胺

Stearic Acid Diethanolamide

本品主要成分为硬脂酸和当量的二乙醇胺缩合而得的烷基醇酰胺。

性 状 本品为白色~淡黄色的蜡状物质，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.05 g 和氧化钙 0.1 g 混合放入小试验管中，慢慢加热，发生的气体，使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

(2) 本品 1 g 加盐酸羟胺-百里酚酞试液 2 ml 溶解，滴加氢氧化钾-甲醇溶

液(2→25)至液体呈蓝色后,再加氢氧化钾-甲醇溶液(2→25) 0.5 ml,在水浴上加热 30 秒钟。冷后,滴加盐酸-甲醇溶液(1→5)至液体的蓝色消失为止,再加氯化铁试液 2 滴和盐酸-甲醇溶液(1→5) 0.7 ml 时,液体呈紫色~红紫色。

(3) 本品 3 g 加稀释盐酸(3→5) 60 ml, 装好回流冷却器, 屡屡摇动并煮沸 3 小时。冷后, 用乙醚抽出, 每次用 100 ml 抽出 2 次。将乙醚抽出液合并, 在水浴上加热将乙醚馏去。对此, 加入硫酸-甲醇溶液(1→100) 60 ml, 装好回流冷却器, 在屡屡摇动的同时煮沸 1 小时。冷后, 加水 100 ml, 用乙醚抽取 2 次, 每次 100 ml。将乙醚抽出液合并, 用水洗, 每次用水 50 ml, 直至洗液加 5 滴甲基橙试液不呈红色为止。将抽出液移于干燥过的容器, 加无水硫酸钠 5 g 好好摇动混合, 放置 30 分钟后过滤, 将滤液置水浴上, 在氮气流下加热将乙醚馏去。取残留物 0.5 g 加苯 1 ml 溶解, 作为试验溶液。另外, 取气相色谱用硬脂酸甲酯 0.5 g 加苯 1 ml 溶解, 作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液 0.5~2 μ l, 在下述操作条件下进行气相色谱法试验时, 除了溶剂峰以外, 试验溶液的主要峰之一, 与标准溶液的主要峰一致。

操作条件

检出器: 氢焰离子化检出器。

分离柱: 内径 2~3 mm, 长度 1~3 m, 使用 177~250 (或 149~177) μ m 的用硅烷处理过的气相色谱用硅藻土, 以 10~20% 的比例用琥珀酸二甘醇聚酯被覆后充填。

分离柱温度: 200°附近的一定温度。

载体气体及流量: 氮, 每分钟约 50 ml 的一定量。

(4) (3) 的乙醚抽出后水层加水配成 60 ml, 取其 10 ml, 在水浴上蒸发干涸除去游离盐酸。取残留物 0.02 g, 加甲醇 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液。另外, 取二乙醇胺 0.02 g 加甲醇 10 ml 溶解, 作为标准溶液。各取 5 μ l 的试验溶液和标准溶液, 在薄层上进行色谱斑点分析, 使用氯仿、甲醇和浓氨水的混合液(13:7:2)作为展开溶剂。将薄层板风干, 放置于用碘饱和的密闭容器中时, 可以看出黄褐色斑点, 其主要斑点的 R_f 值, 与标准溶液的主要斑点的 R_f 相等。

熔 点 38~49° (第 4 法)。

pH 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解, 加新煮沸的冷却水 100 ml, 液体的 pH 为 9.0~10.7。

纯度试验 (1) 游离胺价 精密称量本品约 5 g, 加乙醇 50 ml 和溴酚蓝试液 1 ml 溶解, 用 0.5 N 盐酸滴定至液体呈绿色。用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

$$\text{游离胺价} = \frac{0.5 \text{ N 盐酸的消耗量 (ml)}}{\text{试料的量 (g)}} \times 28.053$$

游离胺价, 在 35 以下。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 慢慢加热灰化。冷后, 加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴,

加热至白烟发生为止后，在 450~500° 灼烧灰化。冷后，加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 3 滴润湿，加热水 10 ml 加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，加氨试液至液体呈微红色为止。然后加稀醋酸 2 ml，如有必要时过滤，残留物用 10 ml 水洗，将洗液和滤液合并，加水配成 50 ml。以此液作为试验溶液按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 1.0 g，加硝酸镁-乙醇溶液 (1→50) 10 ml，将乙醇点火燃烧后，慢慢加热，然后在 450~500° 灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 3 ml 在水浴上加温溶解，以此作为试验溶液。采用装置 C 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

灼烧残分 1% 以下 (第 2 法，3 g)。

6. 蔗糖脂肪酸酯 Sucrose Fatty Acid Ester

本品为蔗糖的脂肪酸酯。

性 状 本品为无色或白色~淡黄褐色粉末或粘性物质，无气味，或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加稀氢氧化钾-乙醇试液 25 ml，装上回流冷凝器在水浴上加温 1 小时，将此液加水 50 ml，蒸馏至残留液 30 ml 为止。冷后，残留液加稀盐酸 5 ml，振荡混合后，加氯化钠使之饱和，用乙醚每次 30 ml 萃取 2 次。将乙醚层合并，用 20 ml 水洗后，将乙醚馏去，残留物在 5° 冷却时，即有黄白色固体析出，或有醋酸样气味和异丁酸样气味的液体残留。

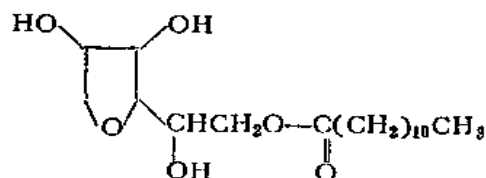
(2) 取 (1) 的分离乙醚层后的水层 2 ml，置于试验管中，在水浴上加温至乙醚的气味消失为止，冷后加蒽酮试液 1 ml，使层积于上，在交界面呈蓝色~绿色。

酸 价 10 以下 (第 1 法，3 g)。

水 分 4% 以下 (0.5 g)。

灼烧残分 1.5% 以下 (第 3 法，1 g)。

7. 失水山梨醇单月桂酸酯 Sorbitan Monolaurate

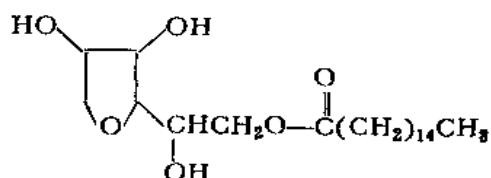


本品主成分为失水山梨醇的月桂酸单酯。

性 状 本品为微黄色~黄褐色液体，稍有特异的气味。

- 确认试验** (1) 适用失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (1) 和 (2)。
 (2) 适用失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (3)。但是, 分解所得的脂肪酸的酸价, 为 275~285。
- 酸 价** 13 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 皂 化 价** 155~174。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

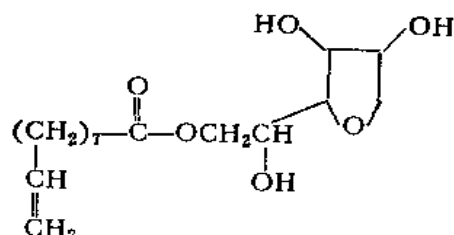
8. 失水山梨醇单棕榈酸酯 Sorbitan Monopalmitate



本品主成分为失水山梨醇的棕榈酸单酯。

- 性 状** 本品为白色~淡黄色蜡状固体, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 适用失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (1) 和 (2)。
 (2) 适用失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (3)。但是, 分解所得脂肪酸的酸价为 212~222 (第 2 法)。
- 酸 价** 13 以下 (第 2 法, 2 g)。
- 皂 化 价** 135~158。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

9. 失水山梨醇单油酸酯 Sorbitan Monooleate



本品主成分为失水山梨醇的油酸单酯。

- 性 状** 本品为微黄色~黄色液体, 稍有特异的气味。
- 确认试验** 适用失水山梨醇三油酸酯的确认试验。
- 酸 价** 142~189。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

10. 失水山梨醇倍半油酸酯

Sorbitan Sesquioleate

本品主成分为失水山梨醇或山梨醇的油酸双酯和单酯。

性 状 本品为微黄色~黄色液体, 稍有特异气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加乙醇 5 ml 和稀硫酸 5 ml, 在水浴上加热 30 分钟, 冷后, 加石油醚 5 ml 振荡混合, 静置后, 分取其上层, 在水浴上将石油醚蒸发, 残留物加稀释硝酸 (1→2) 2 ml, 在 35° 搅拌混合, 加亚硝酸钾 0.5 g 时, 液体变为白浊, 将它冷却时, 有结晶析出。

(2) 取 (1) 的下层 2 ml, 加配制的儿茶酚溶液 (1→10) 2 ml, 摇动混合, 再加硫酸 5 ml, 振荡混合时, 液体呈红色~红褐色。

酸 价 12 以下 (第 1 法, 2 g)。

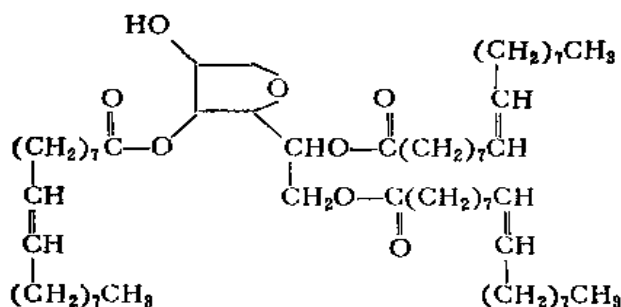
皂化价 145~148。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

11. 失水山梨醇三油酸酯

Sorbitan Trioleate



本品主要成分为山梨醇的油酸三酯。

性 状 本品为微黄色~黄色液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加乙醇 5 ml 和稀硫酸 5 ml, 在水浴上加热 30 分钟。然后加石油醚 5 ml 振荡混合, 静置后, 分取其上层, 在水浴上加热, 将石油醚蒸发掉。残留物加稀释硝酸 (1→2) 2 ml, 在 30~35° 加亚硫酸钾 0.5 g 并振荡混合时, 液体产生白浊, 冷却时有结晶析出。

(2) 取 (1) 的下层液 2 ml, 加新配制的儿茶酚溶液 (1→20) 2 ml, 振荡混合, 再加硫酸 5 ml 振荡混合时, 液体呈红色~红褐色。

酸 价 15 以下 (第 1 法, 2 g)。

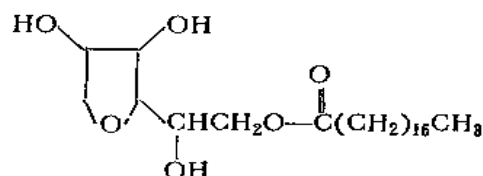
皂化价 163~190。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

12. 失水山梨醇单硬脂酸酯

Sorbitan Monostearate



本品主成分为失水山梨醇的硬脂酸单酯。

性 状 本品为白色~微黄色块状物, 稍有特异气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加乙醇 5 ml, 在水浴上加热溶解, 加稀硫酸 5 ml 加热 30 分钟后, 将它冷却时, 有油滴或白色~黄白色固体析出。将此油滴和固体分离, 加乙醚 5 ml, 振荡混合时溶解。

(2) 将 (1) 分离过油滴和固体的液体 2 ml, 加入新配制的儿茶酚溶液 (1→10) 2 ml 振荡混合, 再加硫酸 5 ml 振荡混合时, 液体呈红色~红褐色。

(3) 取本品 5 g, 按照测定皂化价的方法皂化后, 将乙醇充分馏去。在其中加 50 ml 水使溶解后, 用盐酸调至酸性 (甲基橙)。用乙醚萃取 2 次, 每次 30 ml, 将乙醚层合并, 用水洗涤, 每次用水 20 ml 洗至洗液呈中性为止, 然后在水浴上将乙醚馏去。测定残留物的酸价时 (第 2 法, 0.5 g), 酸价为 192~215。但是, 皂化使用 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 50 ml。

熔 点 49~65° (第 2 法)。

酸 价 12 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂化价 145~156。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

13. 失水山梨醇单异硬脂酸酯

Sorbitan Monoisostearate

本品主要成分为失水山梨醇和山梨醇的异硬脂酸的单酯。

性 状 本品为微黄色~黄色液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加乙醇 5 ml, 在水浴中加热溶解, 加稀硫酸 5 ml, 再加热 30 分钟。将它冷却时, 有油滴析出。将这些油滴分离出来, 加乙醚 5 ml, 振荡混合时, 油滴溶解。

(2) 取(1)的分离油滴后的液体, 加新配制的儿茶酚溶液(1→10)2 ml, 摇荡混合。进一步加硫酸 5 ml 摇荡混合时, 液体呈红色~红褐色。

酸价 10 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂化价 130~150。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法 配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

水分 1.0% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 1 g)。

14. 失水山梨醇倍半硬脂酸酯

Sorbitan Sesquistearate

本品主要成分为失水山梨醇和山梨醇的硬脂酸双酯和单酯。

性状 本品为白色~微黄色的粉末、粒子或块, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加乙醇 5 ml, 在水浴中加热溶解, 加稀硫酸 5 ml, 并加热 30 分钟。将它冷却时, 有油滴或白色~黄白色的固体析出。将这些油滴和固体分离, 加乙醚 5 ml 摇荡混合时, 就会溶解。

(2) 取(1)的分离油滴和固体后的液体 2 ml, 加新调制的儿茶酚溶液(1→10) 2 ml, 摇荡混合, 再加硫酸 5 ml 摇荡混合时, 液体呈红色~红褐色。

(3) 本品 5 g 加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇试液 50 ml, 装好回流冷却器, 在水浴上时时摇动加热 1 小时。冷后, 加水 50 ml, 再加甲基橙试液 1 滴, 加盐酸至液体呈红色为止, 用乙醚每次 30 ml 抽出 2 次。将乙醚抽出液合并, 在水浴上加热馏去乙醚。于此加硫酸-甲醇溶液(2→230) 60 ml, 装好回流冷却器, 屡屡摇动并加热煮沸 1 小时。冷后, 加水 100 ml, 用乙醚每次 50 ml 抽出 2 次。将乙醚抽出液合并, 用水洗涤每次用水 20 ml, 洗至洗液用 2~滴甲基橙试液试验时不呈红色为止。将它移至已干燥过的容器内, 加无水硫酸钠 5 g, 好好摇荡混合, 放置 30 分钟后过滤。滤液在水浴上加热将乙醚馏去。取残留物 0.5 g 加苯 1 ml 溶解, 作为试验溶液。另外, 取气相色谱用硬脂酸甲酯 0.5 g 加苯 1 ml 溶解, 作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液 0.5~2 μ l, 按下述操作条件进行气相色谱法试验时, 除去溶剂峰以外, 试验溶液的主要峰之一, 与标准溶液的主要峰一致。

操作条件

检出器: 氢焰离子化检出器。

分离柱: 内径 2~3 mm, 长度 1~3 m 的管, 使用 177~250 (或 149~177) μ m 的鞋烷处理过的气相色谱用硅藻土; 以 10~20% 的比例用琥珀酸三甘醇聚酯被覆后充填。

分离柱温度：200°附近的一定温度。

载体气体及流量：氮，每分钟约 50 ml 的一定量。

熔 点 55~65° (第 2 法)。

酸 价 14 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂 化 价 148~174。

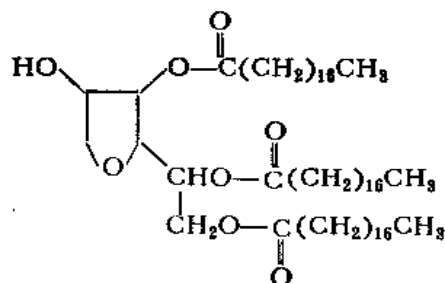
纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

15. 失水山梨醇三硬脂酸酯
Sorbitan Tristearate



本品主成分为失水山梨醇和山梨醇的硬脂酸三酯。

性 状 本品为白色~微黄色的固体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加乙醇 5 ml, 在水浴上加温溶解, 加稀硫酸 5 ml, 进一步加热煮沸 30 分钟时, 有油滴分离。这些油滴冷却时, 析出白色~带黄白色的固体。将这种固体分离, 加乙醚 5 ml 振荡混合时, 固体溶解。

(2) 取 (1) 的分离固体后的液体, 加新配制的儿茶酚溶液 (1→10) 2 ml, 振荡混合, 进一步加硫酸 5 ml, 振荡混合时, 液体呈红~红褐色。

熔 点 49~65° (第 2 法)。

酸 价 20 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂 化 价 172~189。

碘 价 1.5 以下。

纯度试验 (1) 本品 1.0 g 用氯仿 10 ml 溶解时, 液体透明。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。这里, 比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

水分 3.0%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.5%以下 (第 3 法, 3 g)。

16. 聚乙二醇单月桂酸酯 Polyethylene Glycol Monolaurate

本品为月桂酸附加环氧乙烷的聚合物, 或为聚乙二醇用月桂酸酯化的产物。本品的主成分为聚乙二醇的单月桂酸酯, 也含聚乙二醇二月桂酸酯和未起反应的聚乙二醇。

性 状 本品为含白色~微黄色固体的液体, 或为凡士林样或蜡状物质。稍有特异的
气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml, 煮沸 5 分钟后, 加稀盐酸至酸性时, 有油分分离。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。
(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 振荡混合, 加 5 ml 氯仿, 振荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。

酸 价 8.0 以下 (第 1 法, 1 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以上 (第 3 法, 3 g)。

17. 聚乙二醇单硬脂酸酯 Polyethylene Glycol Monostearate

本品为硬脂酸附加环氧乙烷的聚合物, 或为硬脂酸和聚乙二醇酯化后的产物。本品的主要成分是聚乙二醇的硬脂酸单酯, 也包含聚乙二醇二硬脂酸酯和未起反应的聚乙二醇。

性 状 本品为含白色~微黄色固体的液体, 或为凡士林样或蜡状物质。本品有特异的
气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml, 煮沸 5 分钟后, 加稀盐酸至呈酸性时, 有油分分离。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml 后, 振荡混合, 再加氯仿振荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。
(3) 本品 0.3 g 加水 10 ml 振荡混合后, 加溴水 5 滴时, 试液的红色消失。

酸 价 10.0 以下 (第 1 法, 2 g)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

18. 聚氧乙烯月桂基醚

Polyoxyethylene Laurylether

本品为月桂醇附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为白色~微黄色透明的液体、凡士林样或蜡状物质。本品有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯硬脂酰胺的确认试验 (1)。
(2) 适用聚氧乙烯氢化蓖麻油的确认试验 (3)。

酸 价 3 以下 (第 1 法, 2 g)。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

19. 聚氧乙烯月桂醚磷酸酯

Polyoxyethylene Laurylether Phosphate

本品主成分为月桂醇附加环氧乙烷的聚合物衍生的磷酸酯。

性 状 本品为无色~微黄色油液或凡士林样物质, 有特异的气味。

确认试验 (1) 本品少量和氧化钙混合, 置铂匙上开始慢慢加热, 最后灼烧至赤热, 冷却至室温后, 加稀释硝酸 (1→8) 2 滴, 使残留物溶解, 在定量分析用滤纸上, 滴加 1 滴钼酸铵试液, 然后将铂匙上的溶液滴加上去, 1~2 分钟后再滴加 1 滴联苯胺试液, 将滤纸罩到氨水上面时, 在滤纸上出现蓝色的斑点。

(2) 本品的分散液 (1→500) 5 ml, 加亚甲基蓝试液 5 ml 和氯仿 1 ml, 振荡混合时, 氯仿层呈现蓝色。

(3) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 振荡混合后, 再加氯仿 5 ml, 振荡混合后放置, 氯仿层呈现蓝色。

酸 价 300 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

20. 聚氧乙烯月桂醚磷酸钠

Sodium Polyoxyethylene Laurylether Phosphate

本品主成分为月桂醇附加环氧乙烷的聚合物衍生的磷酸酯钠盐。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为凡士林样物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯月桂醚磷酸酯的确认试验。

(2) 本品的水溶液 (1→10), 呈钠盐的定性反应 (1)。

酸 价 15 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 10.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

21. 聚氧乙烯山梨醇单月桂酸酯

Polyoxyethylene Sorbitol Monolaurate

本品主成分是由山梨醇附加环氧乙烷的聚合物——聚氧乙烯山梨醇的月桂酸单酯。

性 状 本品为无色~微黄色液体, 或为凡士林样或蜡状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.1 g 加乙醇, 加温溶解, 加稀硫酸 5 ml, 在水浴上加热 30 分钟后, 冷却时, 析出黄白色固体, 将此固体分离, 加乙醚 3 ml 振荡混合时, 溶解。

(2) 适用聚氧乙烯山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (2) 和 (3)。

酸 价 10.0 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以上 (第 3 法, 3 g)。

22. 聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇单月桂酸酯

Polyoxyethylene Sorbitan Monolaurate (20 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇单月桂酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为微黄色~黄色液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单油酸酯的确认试验 (1)。

(2) 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (2)。

(3) 适用聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验 (3)。分解所得脂肪酸的酸价为 275~285。

酸 价 4.0 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂化价 43~55。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

23. 聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇单棕榈酸酯

Polyoxyethylene Sorbitan Monopalmitate (20 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇单棕榈酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为微黄色～黄色液体，或凡士林样物质，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单油酸酯的确认试验(1)和(3)。
 (2) 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验(2)。
 (3) 适用失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验(3)，但是，分解所得脂肪酸的酸价为212～222(第3法)。

酸 价 4.0以下(第1法，2g)。

皂化价 41～55。

干燥减量 3.0%以下(5g，105°，1小时)。

灼烧残分 1.0%以下(第3法，3g)。

24. 聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单油酸酯 Polyoxyethylene Sorbitan Monooleate (6 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇单油酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为微黄色～黄色液体，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品0.5g加水10ml和氢氧化钠试液10ml，煮沸5分钟后，加稀盐酸至呈酸性反应时，有油分分离。
 (2) 本品0.5g加水10ml振荡混合后，加溴试液5滴时，试液的红色消失。
 (3) 本品0.5g加水10ml和硫氰酸铵-硝酸钴试液5ml，振荡混合后，加氯仿5ml，振荡混合后放置时，氯仿层呈现蓝色。

酸 价 3.0以下(第1法，2g)。

皂化价 92～104。

干燥减量 3.0%以下(5g，105°，1小时)。

灼烧残分 1.0%以下(第3法，3g)。

25. 聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇单油酸酯 Polyoxyethylene Sorbitan Monooleate (20 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇单油酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为微黄色～黄色液体，稍有特异的气味。

确认试验 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单油酸酯的确认试验。

酸 价 4.0以下(第1法，2g)。

皂化价 40～55。

干燥减量 3.0%以下(5g，105°，1小时)。

灼烧残分 1.0%以下(第3法，3g)。

26. 聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇三油酸酯

Polyoxyethylene Sorbitan Trioleate (20 E.O.)

本品为失水山梨醇三油酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状

本品为微黄色~黄色液体，稍有特异气味。

确认试验

(1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml，加热煮沸 5 分钟，加稀盐酸至呈酸性时，有油分分离。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合，加溴试液 5 滴时，试液的红色消失。

(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml，振荡混合，再加氯仿 5 ml，振荡混合放置时，氯仿层呈现蓝色。

酸 价

4 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂化价

83~105。

干燥减量

3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分

1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

27. 聚氧乙烯山梨醇四油酸酯

Polyoxyethylene Sorbitol Tetraoleate

本品为聚氧乙烯山梨醇的油酸四酯。

性 能

本品为微黄色~黄色液体，或为凡士林样物质，稍有特异的气味。

确认试验

(1) 本品 0.1 g 加乙醇 2 ml，加温溶解，加稀硫酸 5 ml，在水浴上加热 30 分钟后，冷却时，有淡黄色或茶褐色的油分分离。此油分加乙醚 2~3 ml 振荡混合时溶解。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合，加溴试液 5 滴时，试液的颜色消失。

(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml，振荡混合，再加氯仿 5 ml 振荡混合后放置，氯仿层呈现蓝色。

酸 价

10 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验

(1) 重金属 取本品 1.0 g，慢慢加热灰化。冷后，加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴加热至产生白烟为止，然后灼烧在 450~500° 灰化。冷后，加盐酸 2 ml 在水浴上蒸发干涸，残留物用 3 滴盐酸润湿，加热水 10 ml 加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，加氨试液至液体呈微红色。然后加稀醋酸 2 ml，必要时过滤，残留物用水 10 ml 洗涤，将洗液与滤液合并，加水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g，加硝酸镁-乙醇溶液(1→50)10 ml，将乙醇点燃后，慢慢加热，在 450~500° 灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 3 ml 在水浴上加温溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度在

2 ppm 以下。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

28. 聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单硬脂酸酯

Polyoxyethylene Sorbitan Monostearate (6 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇单硬脂酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为微黄色~黄色凡士林样物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单油酸酯的确认试验(1)和(3)。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合后, 加溴水 5 滴, 试液的红色不消失。

(3) 适用失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验(3)。

酸 价 4.0 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂 化 价 95~115。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

29. 聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇单硬脂酸酯

Polyoxyethylene Sorbitan Monostearate (20 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇单硬脂酸酯附加环氧乙烷的聚合物。

性 状 本品为微黄色~黄色凡士林样物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯(6 E.O.)失水山梨醇单硬脂酸酯的确认试验(1)和(3)。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合后, 加溴水试液 5 滴时, 试液的红色不消失。

(3) 取本品 5 g, 按照皂化价测定法进行皂化后, 将乙醇充分馏去。加水 50 ml 将它溶解后, 用盐酸调至酸性(甲基橙), 用乙醚萃取 2 次, 每次 30 ml, 将乙醚层馏去, 用水洗, 每次 20 ml, 洗至洗液呈中性为止。然后在水浴上将乙醚馏去, 残留物测定酸价(第 2 法, 0.5 g)时, 酸价为 192~215。皂化使用 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 50 ml。

酸 价 4.0 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂 化 价 43~55。

干燥减量 3.0% (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% (第 3 法, 3 g)。

30. 聚氧乙烯(20 E.O.)失水山梨醇三硬脂酸酯

Polyoxyethylene Sorbitan Tristearate (20 E.O.)

本品主成分为失水山梨醇三硬脂酸酯附加聚合环氧乙烷后的产物, 环氧乙烷的平均聚合度约为 20。

性 状 本品为微黄色~黄色的蜡状固体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml, 煮沸 5 分钟后, 加稀盐酸成为酸性时, 有油滴分离, 冷却时变为白色固体。将它分离后, 加乙醚 5 ml, 振荡混合时, 白色固体溶解。

(2) 取分离固体后的(1)的液体 2 ml, 加新配制的儿茶酚溶液(1→10)2 ml 振荡混合, 再加硫酸 5 ml 振荡混合时, 液体呈红~红褐色。

(3) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 振荡混合, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。

(4) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 好好振荡混合, 再加氯仿 5 ml, 振荡混合放置时, 氯仿层呈蓝色。

酸 价 4 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂化价 80~100。

碘 价 1.5 以下。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml, 加温时, 溶解成透明或稍带蓝色的溶液。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 1.0 g 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

水 分 3.0% 以下 (0.5 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

31. 聚氧乙烯山梨醇六硬脂酸酯

Polyoxyethylene Sorbitol Hexastearate

本品主成分为聚氧乙烯山梨醇的硬脂酸六酯。

性 状 本品为白色~微黄色蜡状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 5 g, 根据皂化价测定法皂化后, 将乙醇充分馏去。用水 50 ml 将它溶解后, 用盐酸调至酸性 (甲基橙), 然后用乙醚萃取 2 次, 每次用乙醚 30 ml, 将乙醚层合并, 每次用水 20 ml 洗至洗液呈中性为止。在水浴上将乙醚馏去, 测定残留物的酸价 (第 2 法, 0.5 g), 酸价为 192~215。皂化使用 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 50 ml。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml, 振荡混合, 加溴试液 5 滴时, 试液的颜色不消失。

(3) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 振荡混合, 再加氯仿 5 ml, 振荡混合后放置时, 氯仿层呈蓝色。

酸 价 25 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

32. 聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇

Polyoxyethylene (1) Polyoxypropylene Glycol (2)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 2 和 1。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 0.4 g 置于试验管中, 加磷酸 1.5 ml 振荡混合。试验管的口塞上脱脂棉, 插进已弯好 60° 角的玻璃管, 加热, 将发生的气体通过玻璃管另一端通至由水 1 ml, 硝普酸钠试液 2 滴和二乙醇胺 1 滴所组成的混合液中, 液体呈红褐色, 立即转为暗色。

(2) 将本品的乙醇溶液 (1→100) 滴在滤纸上, 干燥后, 用德拉根道夫试液 (Dragendorff Solution) 喷雾时, 出现橙红色斑点。

羟 价 510~620。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 溶于 10 ml 乙醇, 溶液透明。

(2) 酸 本品 5 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 氢氧化钠液 0.20 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。

(3) 碱 本品 5 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 盐酸 0.20 ml 和甲基红试液 2 滴时, 液体呈红色。

(4) 重金属 本品 1.0 g, 用第 2 法操作, 进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 本品 1.0 g, 用第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A, 按方法进行试验, 其限度为 2 ppm 以下。

水 分 3% 以下 (5 g)。

灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

33. 聚氧乙烯(4)聚氧丙烯(2)二醇

Polyoxyethylene (4) Polypropylene Glycol (2)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 2 和 4。

性 状 本品为无色~微黄色油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。
经 价 330~410。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

34. 聚氧乙烯(6)聚氧丙烯(2)二醇 Polyoxyethylene (6) Polyoxypropylene Glycol (2)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物，环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 2 和 6。

性 状 本品为无色~微黄色油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。
经 价 240~310。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

35. 聚氧乙烯(10)聚氧丙烯(2)二醇 Poxoxyethylene (10) Polyoxypopylene Glycol (2)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物，环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 2 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。
经 价 170~240。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

36. 聚氧乙烯(3)聚氧丙烯(17)二醇 Polyoxxyethylene (3) Polyoxypopylene Glycol (17)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物，环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 17 和 3。

性 状 本品为无色~微黄色油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。

羟 价 90~110。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

37. 聚氧乙烯 (8) 聚氧丙烯 (17) 二醇
Polyoxyethylene (8) Polyoxypropylene Glycol (17)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 17 和 8。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体或白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 79~95。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

38. 聚氧乙烯 (16) 聚氧丙烯 (17) 二醇
Polyoxyethylene (16) Polyoxypropylene Glycol (17)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 17 和 16。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体或凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 55~75。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

39. 聚氧乙烯 (23) 聚氧丙烯 (17) 二醇
Polyoxyethylene (23) Polyoxypropylene Glycol (17)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 17 和 23。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。

羟 价 45~65。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

40. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (20) 二醇
Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene Glycol (20)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别为 20。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 41~60。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

41. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (30) 二醇
Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene Glycol (30)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 30 和 5。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 稍有特异气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 43~62。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

42. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (30) 二醇
Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene Glycol (30)

本品为环氧乙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 30 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 37~53。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。

水分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

43. 聚氧乙烯 (25) 聚氧丙烯 (30) 二醇
Polyoxyethylene (25) Polyoxypropylene Glycol (30)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 30 和 25。

性状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟价 32~48。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

44. 聚氧乙烯 (160) 聚氧丙烯 (30) 二醇
Polyoxyethylene (160) Polyoxypropylene Glycol (30)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度分别约为 30 和 160。

性状 本品为白色固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟价 9~19。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

45. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (33) 二醇
Polyoxyethylene (30) Polyoxypropylene Glycol (33)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 33 和 30。

性状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体或白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟价 30~40。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水分 3%以下 (5 g)。

灼烧残分 0.3%以下 (第3法, 3 g)。

46. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (35) 二醇
Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene Glycol (35)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 35 和 5。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 43~58。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第3法, 3 g)。

47. 聚氧乙烯 (12) 聚氧丙烯 (35) 二醇
Polyoxyethylene (12) Polyoxypropylene Glycol (35)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 35 和 12。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 有特异气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 33~45。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第3法, 3 g)。

48. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (35) 二醇
Polyoxyethylene (30) Polyoxypropylene Glycol (35)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 35 和 30。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体或凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 28~40。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第3法, 3 g)。

49. 聚氧乙烯 (150) 聚氧丙烯 (35) 二醇
Polyoxyethylene (150) Polyoxypropylene Glycol (35)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 35 和 150。

性 状 本品为白色固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 10~16。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3% 以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

50. 聚氧乙烯 (35) 聚氧丙烯 (40) 二醇
Polyoxyethylene (35) Polyoxypropylene Glycol (40)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 40 和 35。

性 状 本品为白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 18~32。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3% 以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

51. 聚氧乙烯 (50) 聚氧丙烯 (40) 二醇
Polyoxyethylene (50) Polyoxypropylene Glycol (40)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 40 和 50。

性 状 本品为白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 16~26。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3% 以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

52. 聚氧乙烯 (200) 聚氧丙烯 (40) 二醇

Polyoxyethylene (200) Polyoxypropylene Glycol (40)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物，环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 40 和 200。

性 状	本品为白色固体，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价	6~16。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分	3%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

53. 聚氧乙烯 (7) 聚氧丙烯 (50) 二醇

Polyoxyethylene (7) Polyoxypropylene Glycol (50)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物，环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 50 和 7。

性 状	本品为无色~微黄色油液或为乳白色液体，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价	26~42。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分	3%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

54. 聚氧乙烯 (8) 聚氧丙烯 (55) 二醇

Polyoxyethylene (8) Polyoxypropylene Glycol (55)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物，环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 55 和 8。

性 状	本品为无色~微黄色油液或为乳白色液体，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价	22~38。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分	3%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

55. 聚氧乙烯(30)聚氧丙烯(55)二醇
Polyoxyethylene (30) Polyoxypropylene Glycol (55)

本品为环氧乙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 55 和 30。

性 状 本品为白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。
羟 价 16~30。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的纯度试验。
水 分 3%以下(5 g)。
灼烧残分 0.3%以下(第 3 法, 3 g)。

56. 聚氧乙烯(300)聚氧丙烯(55)二醇
Polyoxyethylene (300) Polyoxypropylene Glycol (55)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 55 和 300。

性 状 本品为白色固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。
羟 价 2~12。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的纯度试验。
水 分 3%以下(5 g)。
灼烧残分 0.3%以下(第 3 法, 3 g)。

57. 聚氧乙烯(10)聚氧丙烯(65)二醇
Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene Glycol (65)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 65 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色油液或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的确认试验。
羟 价 18~30。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(2)二醇的纯度试验。
水 分 3%以下(5 g)。
灼烧残分 0.3%以下(第 3 法, 3 g)。

58. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (65) 二醇
Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene Glycol (65)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 65 和 20。

性 状 本品为无色~微黄色油液或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 16~30。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3% 以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

59. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (70) 二醇
Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene Glycol (70)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 70 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 或为乳白色液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 18~32。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3% 以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

60. 聚氧乙烯 (200) 聚氧丙烯 (70) 二醇
Polyoxyethylene (200) Polyoxypropylene Glycol (70)

本品为环氧丙烷聚合所得的聚丙二醇附加环氧乙烷后的聚合物, 环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 70 和 200。

性 状 本品为白色固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的确认试验。
羟 价 4~14。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇的纯度试验。
水 分 3% 以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

61. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚
Polyoxyethylene (1) Polyoxypropylene (1) Cetylother

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 1。

性 状 本品为白色凡士林样物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 0.4 g 置于试验管中, 加磷酸 1.5 ml 摇荡混合。试验管口塞上脱脂棉, 插进已弯好 60° 角的玻璃管, 加热, 将发生的气体通过玻璃管另一端通至由水 1 ml, 硝普酸钠试液 2 滴和二乙醇胺 1 滴所组成的混合液中, 液体呈红褐色后, 再过 10 分钟变为暗色。

(2) 将本品的乙醇溶液 (1→100) 滴在滤纸上, 干燥后, 用德拉根道夫试液喷雾时, 出现橙红色斑点。

(3) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 后, 滴加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。

羟 价 140~173。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 溶于 20 ml 乙醇, 溶液透明。

(2) 酸 本品 5 g, 加中性乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 氢氧化钠液 0.20 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。

(3) 碱 本品 5 g, 加中性乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 盐酸 0.20 ml 和甲基红试液 2 滴时, 液体呈红色。

(4) 重金属 本品 1.0 g, 用第 2 法操作, 进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 本品 1.0 g, 用第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A, 按方法进行试验, 其限度为 2 ppm 以下。

水 分 3% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5 以下 (第 3 法, 3 g)。

62. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚
Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene (1) Cetylother

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加环氧丙烷后, 再附加聚合环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 1 和 5。

性 状 本品为无色油液, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 0.4 g 置于试验管中, 加磷酸 1.5 ml 摇荡混合。试验管口塞上脱脂棉, 插进已弯好 60° 角的玻璃管, 加热, 将发生的气体通过玻璃管另一端通入由水 1 ml, 硝普酸钠试液 2 滴和二乙醇胺 1 滴所组成的混合液中, 液体立即变为蓝色, 渐渐变色, 再过 10 分钟变为暗色。

(2) 将本品的乙醇溶液 (1→100) 滴在滤纸上, 干燥后, 用德拉根道夫试液

喷雾时, 出现橙红色斑点。

(3) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 后, 滴加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。

羟 价 95~130。

纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚的纯度试验。

水 分 3% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

63. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚

Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene (1) Cetylother

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加环氧丙烷后, 再附加聚合环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 1 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色凡士林样物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 0.4 g 置于试验管中, 加磷酸 1.5 ml 振荡混合。试验管口塞上脱脂棉, 插进已弯好 60° 角的玻璃管, 加热, 将发生的气体通过玻璃管另一端通至由水 1 ml, 硝普酸钠试液 2 滴和二乙醇胺 1 滴所组成的混合液中, 液体呈蓝色以后, 慢慢变色, 再过 10 分钟变为绿色。

(2) 将本品的乙醇溶液 (1→100) 滴在滤纸上, 干燥后, 用德拉根道夫试液喷雾时, 出现橙红色斑点。

(3) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 后, 滴加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。

羟 价 65~90。

纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚的纯度试验。

水 分 3% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

64. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚

Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene (1) Cetylother

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加环氧丙烷后, 再附加聚合环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 1 和 20。

性 状 本品为白色~微黄色蜡状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 适用聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。

羟 价 40~60。

纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。

水 分 3% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

65. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
Polyoxyethylene (1) Polyoxypropylene (2) Cetyether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 各约为 2 和 1。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 120~150。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

66. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene (2) Cetyether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 2 和 5。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 85~115。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
本 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

67. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene (2) Cetyether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 2 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 60~85。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

68. 聚氧乙烯(20)聚氧丙烯(2)十六烷醚
Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene (2) Cetylether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 2 和 20。

性 状 本品为白色~微黄色蜡状物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(10)聚氧丙烯(1)十六烷醚的确认试验。
羟 价 35~55。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(1)十六烷醚的纯度试验。
水 分 3%以下(1 g)。
灼烧残分 0.5%以下(第 3 法, 3 g)。

69. 聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(4)十六烷醚
Polyoxyethylene (1) Polyoxypropylene (4) Cetylether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 4 和 1。

性 状 本品为无色~微黄色油液, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(1)十六烷醚的确认试验。
羟 价 95~125。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(1)十六烷醚的纯度试验。
水 分 3%以下(1 g)。
灼烧残分 0.5%以下(第 3 法, 3 g)。

70. 聚氧乙烯(5)聚氧丙烯(4)十六烷醚
Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene (4) Cetylether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 4 和 5。

性 状 本品为无色~微黄色的凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯(5)聚氧丙烯(1)十六烷醚的确认试验。
羟 价 75~100。
纯度试验 适用聚氧乙烯(1)聚氧丙烯(1)十六烷醚的纯度试验。
水 分 3%以下(1 g)。
灼烧残分 0.5%以下(第 3 法, 3 g)。

71. 聚氧乙烯(10)聚氧丙烯(4)十六烷醚
Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene (4) Cetyler

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 4 和 10。

性 状 本品为无色~微黄色的凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 55~80。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

72. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚
Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene (4) Cetyler

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 4 和 20。

性 状 本品为无色~微黄色蜡状物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 33~53。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

73. 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
Polyoxyethylene (1) Polyoxypropylene (8) Cetyler

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 8 和 1。

性 状 本品为无色~微黄色液体或为凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 68~88。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

74. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene (8) Cetyl ether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷所得的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 8 和 5。

性 状 本品为无色~微黄色液体或为凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 58~78。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

75. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene (8) Cetyl ether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 8 和 10。

性 状 本品为微黄色~淡黄色的凡士林样物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 45~65。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

76. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene (8) Cetyl ether

本品为十六醇或 C_{16}/C_{18} 醇附加聚合环氧丙烷后, 再附加环氧乙烷的聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 8 和 20。

性 状 本品为白色~微黄色蜡状物质, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的确认试验。
羟 价 30~50。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚的纯度试验。
水 分 3% 以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

77. 聚氧乙烯(2)聚氧丙烯(2)丁醚

Polyoxyethylene (2) Polyoxypropylene (2) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应,生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度,分别约为2。

性 状 本品为无色~微黄色透明的油液,稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品0.4 g置于试管中,加磷酸1.5 ml摇荡混合。试管口塞上脱脂棉,插进已弯好60°角的玻璃管,加热,将发生的气体通过玻璃管另一端通入由水1 ml,硝普酸钠试液2滴和二乙醇胺1滴所组成的混合液中,液体呈红褐色后,立即转变为暗色。

(2) 将本品的乙醇溶液(1→100)滴在滤纸上,干燥后,用德拉根道夫试液喷雾,出现橙红色斑点。

羟 价 155~250。

纯度试验 (1) 溶状 本品1.0 g加乙醇10 ml溶解,溶液透明。

(2) 酸 本品5 g溶于中性乙醇20 ml中,加0.1 N氢氧化钠液0.20 ml和酚酞试液1滴时,液体为淡红色。

(3) 碱 本品5 g,加中性乙醇20 ml溶解后,加0.1 N盐酸0.20 ml和甲基红试液2滴时,液体呈红色。

(4) 重金属 本品1.0 g,用第2法操作,进行试验时,其限度为20 ppm以下。比较液取铅标准液2.0 ml。

(5) 砷 本品1.0 g,用第3法配制试验溶液,采用装置A,按方法进行试验,其限度为2 ppm以下。

水 分 1%以下(5 g)。

灼烧残分 0.3%以下(第3法,3 g)。

78. 聚氧乙烯(4)聚氧丙烯(4)丁醚

Polyoxyethylene (4) Polyoxypropylene (4) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应,生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度,分别约为4。

性 状 本品为无色~微黄色透明的油液,稍有特异的气味。

确认试验 适用聚氧乙烯(2)聚氧丙烯(2)丁醚的确认试验。

羟 价 85~125。

纯度试验 适用聚氧乙烯(2)聚氧丙烯(2)丁醚的纯度试验。

水 分 1%以下(5 g)。

灼烧残分 0.3%以下(第3法,3 g)。

79. 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (5) 丁醚

Polyoxyethylene (5) Polyoxypropylene (5) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应, 生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 5。

性 状	本品为无色~微黄色透明的油液, 稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	80~120。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1% 以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

80. 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (7) 丁醚

Polyoxyethylene (10) Polyoxypropylene (7) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应, 生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 7 和 10。

性 状	本品为无色~微黄色的透明粘性油液, 稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烷 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	50~75。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1% 以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

81. 聚氧乙烯 (9) 聚氧丙烯 (10) 丁醚

Polyoxyethylene (9) Polyoxypropylene (10) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应, 生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 10 和 9。

性 状	本品为无色~微黄色的透明粘性油液, 稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	45~65。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1% 以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3% 以下 (第 3 法, 3 g)。

82. 聚氧乙烯 (12) 聚氧丙烯 (12) 丁醚
Polyoxyethylene (12) Polyoxypropylene (12) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应，生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 12。

性 状	本品为无色~微黄色的透明粘性油液，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	35~50。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

83. 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (15) 丁醚
Polyoxyethylene (20) Polyoxypropylene (15) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应，生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 15 和 20。

性 状	本品为无色~微黄色的透明粘性油液，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	23~38。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

84. 聚氧乙烯 (17) 聚氧丙烯 (17) 丁醚
Polyoxyethylene (17) Polyoxypropylene (17) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应，生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 17。

性 状	本品为无色~微黄色的透明粘性油液，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	25~40。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

85. 聚氧乙烯 (35) 聚氧丙烯 (28) 丁醚
Polyoxyethylene (35) Polyoxypropylene (28) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应，生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 28 和 35。

性 状 本品为无色～微黄色的透明粘性油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 12~27。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

86. 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (30) 丁醚
Polyoxyethylene (30) Polyoxypropylene (30) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应，生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，各约为 30。

性 状 本品为无色～微黄色的透明粘性油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 12~25。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

87. 聚氧乙烯 (45) 聚氧丙烯 (33) 丁醚
Polyoxyethylene (45) Polyoxypropylene (33) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应，生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度，分别约为 33 和 45。

性 状 本品为无色～微黄色的透明粘性油液，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 8~19。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

88. 聚氧乙烯 (36) 聚氧丙烯 (36) 丁醚
Polyoxyethylene (36) Polyoxypropylene (36) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应, 生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 各约为 36。

性 状 本品为无色~微黄色的透明粘性油液, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 10~20。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

89. 聚氧乙烯 (37) 聚氧丙烯 (38) 丁醚
Polyoxyethylene (37) Polyoxypropylene (38) Butylether

本品为丁醇和环氧丙烷及环氧乙烷同时进行反应, 生成的附加聚合物。环氧丙烷和环氧乙烷的平均聚合度, 分别约为 38 和 37。

性 状 本品为无色~微黄色的透明粘性油液, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 8~18。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 3 法, 3 g)。

90. 聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺
Polyoxyethylene (2) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide

本品为椰子油脂肪酸和等当量的乙醇胺缩合生成的椰子油脂肪酸乙醇酰胺, 附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为 2。

性 状 本品为微黄色~黄色液体, 或为白色~淡黄色固体, 稍有特异的气味。
确认试验 (1) 本品 0.5 g, 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 摇荡混合后, 再加氯仿 5 ml 摇荡混合时, 氯仿层呈现蓝色。
(2) 本品 0.05 g, 加氧化钙 0.1 g 混合, 在小试管中加热时, 发生的气体, 使润湿的红色石蕊试纸变成蓝色。
(3) 本品 1 g, 加盐酸羟胺-百里酚酞试液 2 ml 溶解后, 滴加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 至呈蓝色为止, 再加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 0.5 ml, 在水浴上加热 30 秒钟。冷后, 滴加盐酸-甲醇溶液 (1→5) 至液体蓝色消失

为止，然后加氯化铁试液 2 滴和盐酸-甲醇溶液 (1→5) 1 ml 时，液体呈紫色～红紫色。

(4) 本品 3 g，加稀释磷酸 (1.5→2) 60 ml，装上回流冷凝器，煮沸 3 小时，并屡屡摇动。冷后，用 100 ml 乙醚萃取，萃取 2 次并将萃出液合并，用水洗涤每次用水 50 ml，并加甲基橙试液 5 滴，洗至不呈红色为止。将乙醚萃出液移至干燥容器中，加无水硫酸钠 5 g，摇荡混合并放置 30 分钟后过滤，滤液在水浴上加热，使乙醚馏去。残留物在 70°干燥 30 分钟，测定熔点时，熔点为 17～31°。

经 价 150～200。

pH 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解，加入新煮沸冷却水 100 ml，测定其 pH 为 8.0～10.0。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.5 g，溶于稀释乙醇 (10→100) 20 ml，液体呈透明。

(2) 重金属 取本品 1.0 g，采用第 2 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 1.0 g，按照第 3 法配制试验溶液，采用装置 A，按方法进行试验，其限度在 2 ppm 以下。

水 分 5% 以下 (0.3 g)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 2 法，3 g)。

91. 聚氧乙烯(5)椰子油脂肪酸乙醇酰胺

Polyoxyethylene (5) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide

本品为椰子油脂肪酸和等当量的乙醇胺缩合生成的椰子油脂肪酸乙醇酰胺，附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为 5。

性 状 本品为微黄色～黄色液体，或为白色～淡黄色固体，稍有特异的气味。

确认试验 适用聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺的确认试验。

经 价 120～170。

pH 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解，加入新煮沸冷却水 100 ml，测定其 pH 为 8.0～10.0。

纯度试验 适用聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺的纯度试验。

水 分 5% 以下 (0.3 g)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 2 法，3 g)。

92. 聚氧乙烯(10)椰子油脂肪酸乙醇酰胺

Polyoxyethylene (10) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide

本品为椰子油脂肪酸和等当量的乙醇胺缩合生成的椰子油脂肪酸乙醇酰胺，附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为 10。

性 状	本品为微黄色~黄色液体, 或为白色~淡黄色固体, 稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺的确认试验。
羟 价	90~140。
pH	本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解, 加入新煮沸冷却水 100 ml, 测定其 pH 为 8.0~10.0。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺的纯度试验。
水 分	5% 以下 (0.3 g)。
灼烧残分	1.0% 以下 (第 2 法, 3 g)。

93. 聚氧乙烯(20)椰子油脂肪酸乙醇酰胺

Polyoxyethylene (20) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide

本品为椰子油脂肪酸和等当量的乙醇胺缩合生成的椰子油脂肪酸乙醇酰胺, 附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为 20。

性 状	本品为白色~淡黄色固体, 稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺的确认试验。
羟 价	50~100。
pH	本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解, 加入新煮沸冷却水 100 ml, 测定其 pH 为 8.0~10.0。
纯度试验	适用聚氧乙烯 (2) 椰子油脂肪酸乙醇酰胺的纯度试验。
水 分	5% 以下 (0.3 g)。
灼烧残分	1.0% 以下 (第 2 法, 3 g)。

94. 聚氧乙烯羊毛脂

Polyoxyethylene Lanolin

本品为羊毛脂附加环氧乙烷后的聚合物。

性 状	本品为黄色~黄褐色凡士林样或蜡状物质, 稍有特异的气味。
确认试验	(1) 在本品 0.5 g 中, 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 摇荡混合后, 再加氯仿 5 ml, 摇荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。 (2) 本品的氯仿溶液 (1→20) 1 ml, 小心地倒到硫酸 2 ml 之上, 其层积界面, 呈现红褐色, 硫酸层发出绿色的荧光。
酸 价	3.0 以下 (第 1 法, 2 g)。
纯度试验	(1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。 (2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。
干燥减量	3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
灼烧残分	1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

95. 聚氧乙烯(5)羊毛醇
Polyoxyethylene (5) Lanolin Alcohol

本品为羊毛醇或其精制品附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为5。

- 性 状** 本品为微黄色~褐色凡士林样或为蜡状固体, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml 振荡混合, 再加氯仿 5 ml 振荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。
(2) 将本品的乙醇溶液 (1→100) 滴于滤纸上, 干燥后, 用德拉根道夫试液 (Dragendorff solution) 喷雾时, 出现橙红色斑点。
(3) 将本品 0.1 g 溶于氯仿 5 ml, 加醋酐 2 ml 和硫酸 2 滴, 振荡混合时, 液体稍稍出现红色, 立即转为蓝色, 然后又变绿色以及带有红色的褐色, 再经蓝色到墨绿色。
- 羟 价** 90~130。
- 皂 化 价** 12 以下。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1 g 加 10 ml 氯仿溶解时, 液体呈透明状。
(2) 酸 本品 5 g 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 氢氧化钠液 3.0 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。
(3) 碱 本品 5 g 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 盐酸 0.20 ml, 甲基红试液 2 滴时, 液体呈红色。
(4) 重金属 取本品 1.0 g, 用第 2 法操作, 进行试验时, 其限度为 20 ppm。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
(5) 砷 取本品 1.0 g, 用第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。
- 水 分** 3% 以下 (1 g)。
- 灼烧残分** 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

96. 聚氧乙烯(10)羊毛醇
Polyoxyethylene (10) Lanolin Alcohol

本品为羊毛醇或其精制品附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为10。

- 性 状** 本品为微黄色~褐色凡士林样物质或为蜡状固体, 稍有特异的气味。
- 确认试验** 适用聚氧乙烯(5)羊毛醇的确认试验。
- 羟 价** 70~105。
- 皂 化 价** 12 以下。
- 纯度试验** 适用聚氧乙烯(5)羊毛醇的纯度试验。

水分 3%以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5%以下 (第3法, 3 g)。

97. 聚氧乙烯 (15) 羊毛醇
Polyoxyethylene (15) Lanolin Alcohol

本品为羊毛醇或其精制品附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为15。

性状 本品为微黄色~褐色凡士林样物质或为蜡状固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的确认试验。
羟价 60~95。
皂化价 10 以下。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的纯度试验。
水分 3%以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5%以下 (第3法, 3 g)。

98. 聚氧乙烯 (20) 羊毛醇
Polyoxyethylene (20) Lanolin Alcohol

本品为羊毛醇或其精制品附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为20。

性状 本品为微黄色~褐色蜡状固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的确认试验。
羟价 50~75。
皂化价 10 以下。
纯度试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的纯度试验。
水分 3%以下 (1 g)。
灼烧残分 0.5%以下 (第3法, 3 g)。

99. 聚氧乙烯 (25) 羊毛醇
Polyoxyethylene (25) Lanolin Alcohol

本品为羊毛醇或其精制品附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为25。

性状 本品为微黄色~褐色蜡状固体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的确认试验。
羟价 35~60。
皂化价 7 以下。

纯度试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的纯度试验。

水分 3% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

100. 聚氧乙烯 (40) 羊毛醇
Polyoxyethylene (40) Lanolin Alcohol

本品为羊毛醇或其精制品附加环氧乙烷后的聚合物。环氧乙烷的平均聚合度约为 40。

性状 本品为微黄色~褐色蜡状固体, 稍有特异的气味。

确认试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的确认试验。

羟价 30~55。

皂化价 7 以下。

纯度试验 适用聚氧乙烯 (5) 羊毛醇的纯度试验。

水分 3% 以下 (1 g)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 3 法, 3 g)。

101. 聚氧丙烯 (2) 丁醚
Polyoxypropylene (2) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 2。

性状 本品为无色~微黄色透明液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 0.4 g 置于试验管中, 加磷酸 1.5 ml, 振荡混合, 在试验管口塞上脱脂棉, 插进已弯好 60° 角的玻璃管一端, 加热, 将发生的气体在玻璃管另一端通出至由水 1 ml, 硝酸钠试液 2 滴和二乙醇胺 1 滴所组成的混合液中, 液体呈红褐色。

(2) 本品的乙醇溶液 (1→100) 滴在滤纸上, 干燥后, 用德拉根道夫试液喷雾时, 出现橙红色斑点。

羟价 220~430。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 溶于 10 ml 乙醇, 溶液呈透明状。

(2) 酸 本品 5.0 g 用中和的乙醇 20 ml 溶解, 在其中加 0.1 N 氢氧化钠液 0.20 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。

(3) 碱 本品 5.0 g 用中和的乙醇 20 ml 溶解, 在其中加 0.1 N 盐酸 0.20 ml 和甲基红试液 2 滴时, 液体呈淡红色。

(4) 重金属 取本品 1.0 g, 用第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g, 用第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

水分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

102. 聚氧丙烯 (4) 丁醚
Polyoxypropylene (4) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 4。
性 状 本品为无色~微黄色透明液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 150~230。
纯度试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

103. 聚氧丙烯 (12) 丁醚
Polyoxypropylene (12) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 12。
性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 60~90。
纯度试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

104. 聚氧丙烯 (15) 丁醚
Polyoxypropylene (15) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 15。
性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体, 稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价 50~70。
纯度试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水分 1%以下 (5 g)。
灼烧残分 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

105. 聚氧丙烯 (17) 丁醚
Polyoxypropylene (17) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 17。

性 状	本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	45~65。
纯度试验	适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

106. 聚氧丙烯 (20) 丁醚
Polyoxypropylene (20) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 20。

性 状	本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	40~55。
纯度试验	适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

107. 聚氧丙烯 (24) 丁醚
Polyoxypropylene (24) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 24。

性 状	本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验	适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。
羟 价	31~46。
纯度试验	适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。
水 分	1%以下 (5 g)。
灼烧残分	0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

108. 聚氧丙烯 (26) 丁醚
Polyoxypropylene (26) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 26。

性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的确认试验。
羟 价 28~43。
纯度试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下（5 g）。
灼烧残分 0.3%以下（第1法，1 g）。

109. 聚氧丙烯（30）丁醚
Polyoxypropylene (30) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 30。

性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的确认试验。
羟 价 23~38。
纯度试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下（5 g）。
灼烧残分 0.3%以下（第1法，1 g）。

110. 聚氧丙烯（33）丁醚
Polyoxypropylene (33) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 33。

性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的确认试验。
羟 价 20~35。
纯度试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下（5 g）。
灼烧残分 0.3%以下（第1法，1 g）。

111. 聚氧丙烯（40）丁醚
Polyoxypropylene (40) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 40。

性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体，稍有特异的气味。
确认试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的确认试验。
羟 价 15~30。
纯度试验 适用聚氧丙烯（2）丁醚的纯度试验。
水 分 1%以下（5 g）。

灼烧残分 0.3%以下 (第1法, 1 g)。

112. 聚氧丙烯 (52) 丁醚
Polyoxypropylene (52) Butylether

本品为丁醇附加环氧丙烷后的聚合物。环氧丙烷的平均聚合度约为 52。

性 状 本品为无色~微黄色透明粘性液体, 稍有特异的气味。

确认试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的确认试验。

羟 价 13~28。

纯度试验 适用聚氧丙烯 (2) 丁醚的纯度试验。

水 分 1%以下 (5 g)。

灼烧残分 0.3%以下 (第1法, 1 g)。

113. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 200

[聚氧乙烯 (4) 羊毛脂肪酸]
Polyethylene Glycol 200 Lanolin Fatty Acid

本品为软质羊毛脂肪酸、羊毛脂肪酸和硬质羊毛脂肪酸, 单独或混合物, 与约 4 分子环氧乙烷聚合, 或和聚乙二醇 200 反应所得的酯。

性 状 本品为黄色~黄褐色液体或凡士林状物质, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 好好摇荡混合, 再加氯仿 5 ml, 摇荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml, 煮沸 5 分钟后, 加稀盐酸至呈酸性时, 有油分分离。

酸 价 10 以下 (第1法, 2 g)。

皂化价 90~115 (1.5 g)。

纯度试验 (1) 酸 本品 1 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 氢氧化钠液 3.0 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。

(2) 碱 本品 5 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 盐酸 0.20 ml, 滴加甲基红试液 2 滴时, 液体呈红色。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第2法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g, 按第3法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

水 分 3.0%以下 (1 g)。

灼烧残分 1.0%以下 (第3法, 3 g)。

114. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 300

[聚氧乙烯(7)羊毛脂肪酸]

Polyethylene Glycol 300 Lanolin Fatty Acid

本品为软质羊毛脂肪酸、羊毛脂肪酸和硬质羊毛脂肪酸，单独或混合物，约与 7 分子环氧乙烷聚合，或和聚乙二醇 300 反应所得的酯。

- 性 状** 本品为黄色~黄褐色液体或凡士林状物质，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml，好好摇荡混合，再加氯仿 5 ml，摇荡混合后放置时，氯仿层呈现蓝色。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml，煮沸 5 分钟后，加稀盐酸至呈酸性时，有油分分离。
- 酸 价** 10 以下 (第 1 法，2 g)。
- 皂化价** 80~105 (1.5 g)。
- 纯度试验** (1) 酸 本品 1 g，加中和的乙醇 20 ml 溶解，加 0.1 N 氢氧化钠 3.0 ml 和酚酞试液 1 滴时，液体呈淡红色。
(2) 碱 本品 5 g，加中和的乙醇 20 ml 溶解，加 0.1 N 盐酸 0.20 ml，滴加甲基红试液 2 滴时，液体呈红色。
(3) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
(4) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法配制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。
- 水 分** 3.0% 以下。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法，3 g)。

115. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 400

[聚氧乙烯(10)羊毛脂肪酸]

Polyethylene Glycol 400 Lanolin Fatty Acid

本品为软质羊毛脂肪酸，羊毛脂肪酸和硬质羊毛脂肪酸，单独或混合物，与约 10 分子环氧乙烷聚合，或和聚乙二醇 400 反应所得的酯。

- 性 状** 本品为黄色~黄褐色凡士林状或蜡状物质，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml，好好摇荡混合，再加氯仿 5 ml，摇荡混合后放置时，氯仿层呈现蓝色。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml，煮沸 5 分钟后，加稀盐酸至呈酸性时，有油分分离。
- 酸 价** 10 以下 (第 1 法，2 g)。
- 皂化价** 70~95 (1.5 g)。

- 纯度试验** (1) 酸 本品 1 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 氢氧化钠液 3.0 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。
 (2) 碱 本品 5 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 盐酸 0.20 ml, 滴加甲基红试液 2 滴时, 液体呈红色。
 (3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
 (4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。
- 水分** 3.0% 以下 (1 g)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

116. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 600

[聚氧乙烯(15)羊毛脂肪酸]

Polyethylene Glycol 600 Lanolin Fatty Acid

本品为软质羊毛脂肪酸、羊毛脂肪酸和硬质羊毛脂肪酸, 单独或混合物, 与约 15 分子环氧乙烷聚合, 或和聚乙二醇 600 反应所得的酯。

- 性状** 本品为黄色~黄褐色的凡士林状或蜡状物质, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 摇荡混合, 再加氯仿 5 ml, 摇荡混合后放置, 氯仿层呈现蓝色。
 (2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml, 煮沸 5 分钟后, 加稀盐酸至呈酸性时, 有油分分离。
- 酸价** 10 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 皂化价** 60~85 (1.5 g)。
- 纯度试验** (1) 酸 本品 1 g, 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 氢氧化钠液 3.0 ml 和酚酞试液 1 滴时, 液体呈淡红色。
 (2) 碱 本品 5 g 加中和的乙醇 20 ml 溶解, 加 0.1 N 盐酸 0.20 ml, 滴加甲基红试液 2 滴时, 液体呈红色。
 (3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
 (4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。
- 水分** 3.0% 以下 (1 g)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

117. 羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 1000

[聚氧乙烯(20)羊毛脂肪酸]

Polyethylene Glycol 1000 Lanolin Fatty Acid

本品为软质羊毛脂肪酸、羊毛脂肪酸和硬质羊毛脂肪酸，单独或混合物，与约 20 分子环氧乙烷聚合，或和聚乙二醇 1000 反应所得的酯。

性 状 本品为淡黄色～黄褐色凡士林状或蜡状物质，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml，摇荡混合，再加氯仿 5 ml，摇荡混合后放置，氯仿层呈现蓝色。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml，煮沸 5 分钟后，加稀盐酸至呈酸性时，有油分离。

酸 价 10 以下 (第 1 法，2 g)。

皂化价 40～65 (1.5 g)。

纯度试验 (1) 酸 本品 1 g 加中和的乙醇 20 ml 溶解，加 0.1 N 氢氧化钠液 3.0 ml 和酚酞试液 1 滴时，液体呈淡红色。

(2) 碱 本品 5 g 加中和的乙醇 20 ml 溶解，加 0.1 N 盐酸 0.20 ml，滴加甲基红试液 2 滴时，液体呈红色。

(3) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法配制试验溶液，用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

水 分 3.0% 以下 (1 g)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法，3 g)。

118. 聚氧乙烯十六烷基醚

Polyoxyethylene Cetyether

本品为十六醇附加环氧乙烷后的聚合物。

性 状 本品为白色～微黄色的凡士林样或蜡状物质，有特异气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯硬脂酰胺的确认试验 (1)。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 摇荡混合后，加溴试液 5 滴时，试液的红色不消失。

酸 价 3 以下 (第 1 法，2 g)。

干燥减量 3.0% 以下 (5 g，105°，1 小时)。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 3 法，3 g)。

119. 聚氧乙烯十六烷基醚磷酸酯
Polyoxyethylene Cetyl ether Phosphate

本品主成分为十六醇附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯。

- 性 状** 本品为白色~微黄色凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。
- 确认试验** 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验 (1)、(2) 和 (3)。
- 酸 价** 200 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

120. 聚氧乙烯十六烷基醚磷酸酯钠盐
Sodium Polyoxyethylene Cetyl ether Phosphate

本品主成分为十六醇附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯钠盐。

- 性 状** 本品为白色~微黄色凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。
- 确认试验** (1) 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验 (1)、(2) 和 (3)。
(2) 本品的水溶液 (1→10), 呈钠盐的定性反应 (1)。
- 酸 价** 15 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 10.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

121. 聚氧乙烯辛基苯基醚
Polyoxyethylene Octylphenylether

本品为辛基酚附加环氧乙烷后的聚合物。

- 性 状** 本品为无色或白色~微黄色液体, 或为凡士林样或蜡状物质, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 50 mg 加四氯化碳 0.5 ml 溶解后, 加硫酸 1 ml 振荡混合后, 加甲醛 2 滴振荡时, 液体呈暗红色。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml 振荡混合后, 加氯仿 5 ml, 摇和后放置时, 氯仿层呈现蓝色。
- 酸 价** 3 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第3法, 3g)。

122. 聚氧乙烯壬基苯基醚

Polyoxyethylene Nonyl Phenylether

本品为壬基酚附加环氧乙烷后的聚合物。

性 状 本品为无色或白色~微黄色液体, 或为凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。

确认试验 (1) 本品 50 mg 加四氯化碳 0.5 ml 溶解后, 加硫酸 1 ml 振荡混合后, 滴加甲醛 2 滴混合, 液体呈暗红色。

(2) 适用聚氧乙烯硬脂酰胺的确认试验 (1)。

酸 价 3 以下 (第1法, 2g)。

干燥减量 3.0%以下 (5g, 105°, 1小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第3法, 3g)。

123. 聚氧乙烯油基醚

Polyoxyethylene Oleylether

本品以油醇为主的高级醇附加环氧乙烷后的聚合物。

性 状 本品为白色~微黄色液体, 或为凡士林样或蜡样物质, 有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml 振荡混合后, 再加 5 ml 氯仿, 振荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。

(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合后, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色消失。

酸 价 3 以下 (第1法, 2g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5g, 105°, 1小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第3法, 3g)。

124. 聚氧乙烯油基醚磷酸酯

Polyoxyethylene Oleylether Phosphate

本品主成分为油醇附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯。

性 状 本品为淡黄~黄色油液或为凡士林样物质, 有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验 (1)、(2) 和 (3)。

(2) 本品 0.5 g 加水 1.0 ml 振荡混合后, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色消失。

酸 价 200 以下 (第1法, 2g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 106°, 1 小时)。

125. 聚氧乙烯油基醚磷酸酯钠盐

Sodium Polyoxyethylene Oleylether Phosphate

本品主要成分为油醇附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯钠盐。

性 状 本品为微黄色~黄色油液或凡士林样物质, 有特异气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验 (1)、(2)和 (3)。

(2) 适用聚氧乙烯油基醚磷酸酯的确认试验 (2)。

(3) 本品的水溶液 (1→10), 呈钠盐的定性反应 (1)。

酸 价 15 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 10.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

126. 聚氧乙烯硬脂酰胺

Polyoxyethylene Stearoylamide

本品是以硬脂酸为主成分的脂肪酸进行酰胺化所得的脂肪酰胺, 附加环氧乙烷聚合而得。

性 状 本品为白色~黄色凡士林样或蜡状物质, 有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 摇动混合后, 加氯仿 5 ml, 振荡混合后放置, 氯仿层呈蓝色。

(2) 本品 1 g 加盐酸羟胺-百里酚酞试液 2 ml 溶解后, 加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 滴加至液体呈蓝色为止, 然后再加氢氧化钾-甲醇溶液 (2→25) 0.5 ml, 在水浴上加热 30 秒钟。冷后, 滴加盐酸-甲醇溶液 (1→5) 至液体的蓝色消失为止, 然后加氯化铁试液 2 滴和盐酸-甲醇溶液 (1→5) 1 ml, 液体即呈紫色~红紫色。

酸 价 3 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

127. 聚氧乙烯单硬脂酸甘油酯
Polyoxyethylene Glyceryl Monostearate

本品主成分为单硬脂酸甘油酯附加环氧乙烷后的聚合物。

- 性 状** 本品为白色~微黄色凡士林样或蜡状物质。稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 适用聚氧乙烯 (6 E.O.) 失水山梨醇单油酸酯的确认试验 (1) 和 (3)。
(2) 本品 0.2 g 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时, 稍有丙烯醛样的刺激臭发生。
(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 摇荡混合后, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。
- 酸 价** 3.0 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

128. 聚氧乙烯硬脂基醚
Polyoxyethylene Stearylether

本品是以硬脂醇为主的高级脂肪醇附加环氧乙烷所得的聚合物。

- 性 状** 本品为白色~微黄色凡士林样或蜡状物质, 有特异的气味。
- 确认试验** (1) 适用聚氧乙烯油基醚的确认试验 (1)。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 摇荡混合后, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色不消失。
- 酸 价** 3 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

129. 聚氧乙烯硬脂基醚磷酸酯
Polyoxyethylene Stearylether Phosphate

本品为硬脂醇附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯。

- 性 状** 本品为淡黄色~黄色凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。
- 确认试验** 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验 (1)、(2) 和 (3)。
- 酸 价** 200 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

130. 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯
Polyoxyethylene Alkylphenylether Phosphate

本品为 C₈~C₁₂ 烷基酚附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯。

性 状 本品为淡黄色~黄色油液, 或为凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。

确认试验 (1) 在铂匙上放本品少量和氧化钙混合, 开始时慢慢加热, 最后达到赤热。冷却至室温后, 加稀释硝酸(1→8)2 滴使残留物溶解, 在定量分析用滤纸上, 滴加 1 滴钼酸铵试液, 然后将铂匙上的溶液滴加上去。1~2 分钟后再滴加 1 滴联苯胺试液, 将滤纸罩到氨水上面时, 在滤纸上产生蓝色的斑点。

(2) 本品的水溶液 (1→500) 5 ml, 加亚甲基蓝试液 5 ml 和氯仿 1 ml, 振荡混合时, 氯仿层呈蓝色。

(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 振荡混合后, 再加氯仿 5 ml, 振荡混合后放置, 氯仿层呈现蓝色。

(4) 本品 0.1 g 加四氯化碳 0.5 ml 溶解后, 加硫酸 1 ml, 振荡混合, 再加甲醛 2 滴, 振荡混合时, 液体呈现暗红色。

酸 价 210 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 本品 0.40 g 加硝酸镁-乙醇溶液(1→50)10 ml, 将乙醇点火燃烧后, 慢慢加热, 然后在 450~500°灼烧灰化。冷后, 在残留物上加盐酸 3 ml, 并在水浴上加温使残留物溶解, 将它作为试验溶液。用装置 C 如法进行试验, 其限度在 5 ppm 以下。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

131. 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯三乙醇胺盐
Triethanolamine Polyoxyethylene Alkylphenylether Phosphate

本品主成分为 C₈~C₁₂ 烷基酚附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯三乙醇胺盐。

性 状 本品为淡黄色~黄色的油液, 或为凡士林样或蜡状物质, 有特异的气味。

确认试验 (1) 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验。

(2) 本品 5 g 溶于水配成 100 ml, 取此液 1 ml, 加氢氧化钠试液 2 ml 和硫酸铜试液 0.1 ml 时, 液体透明而呈蓝紫色。

酸 价 15 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 10.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

132. 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯钠盐
Sodium Polyoxyethylene Alkylphenyl ether Phosphate

- 本品主成分为 $C_8 \sim C_{12}$ 烷基酚附加环氧乙烷后的聚合物衍生的磷酸酯钠盐。
- 性 状** 本品为淡黄色~黄色的油液, 或为凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。
- 确认试验** (1) 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的确认试验。
(2) 本品的水溶液 (1→10), 呈钠盐的定性反应 (1)。
- 酸 价** 15 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 20.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

133. 聚氧乙烯蓖麻油
Polyoxyethylene Castor Oil

- 本品为蓖麻油附加环氧乙烷的聚合物。
- 性 状** 本品为几乎无色~黄色的液体, 或为凡士林样或蜡状物质, 稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 适用聚氧乙烯氢化蓖麻油的确认试验 (1) 和 (2)。
(2) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合后, 加溴试液 5 滴, 试液的红色消失。
- 酸 价** 3 以下 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。
- 干燥减量** 3.0% 以下 (5 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 1.0% 以下 (第 3 法, 3 g)。

134. 聚氧乙烯氢化蓖麻油
Polyoxyethylene Hydrogenated Castor Oil

- 本品为蓖麻油的双键加氢生成硬化蓖麻油, 附加环氧乙烷后的聚合物。
- 性 状** 本品为白色~微黄色凡士林样或蜡状物质, 稍有特异气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 ml, 振荡混合后, 加氯仿 5 ml, 振荡混合后放置时, 氯仿层呈现蓝色。
(2) 本品 0.2 g 加硫酸氢钾 0.5 g 加热时, 有丙烯醛样刺激臭味发生。
(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 振荡混合后, 加溴试液 5 滴时, 试液的红色消失。
- 酸 价** 3 以上 (第 1 法, 2 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧减量 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

135. 聚氧乙烯山梨醇的蜂蜡衍生物

Beeswax Derivatives of Polyoxyethylene Sorbitol

本品为山梨醇附加环氧乙烷的聚合物和蜂蜡反应而得的产物。

性 状 本品为淡黄色~黄色凡士林样或蜡状物质, 有特异气味。

确认试验 本品 0.5 g 加水 10 ml 和硫氰酸铵-硝酸钴试液 5 滴, 摇荡混合后, 再加氯仿 5 ml, 振动混合后放置, 氯仿层呈现蓝色。

酸 价 13 以下 (第 1 法, 2 g)。

纯度试验 (1) 重金属 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (1)。
(2) 砷 适用聚氧乙烯山梨醇四油酸酯的纯度试验 (2)。

干燥减量 3.0%以下 (5 g, 105°, 1 小时)。

灼烧减量 1.0%以下 (第 3 法, 3 g)。

五、化妆品用粉类原料

1. 高 岭 土

Kaolin

本品为天然产的含水硅酸铝。

- 性 状** 本品是白色~类白色易碎块状物或粉末，略带粘土样的气味。
- 确认试验** (1) 在 1 g 本品中加水 10 ml 及硫酸 5 ml，加热至产生白烟。冷却后，加水 20 ml 煮沸 2~3 分钟后过滤。其残留物为灰色。
(2) (1) 的滤液呈铝盐的定性反应 (1)、(2) 及 (4)。
- pH** 在 1.0 g 本品中加水 25 ml 充分摇匀后过滤，滤液的 pH 为 4.0~7.5。
- 纯度试验** (1) 酸可溶物 2% 以下。
(2) 碳酸盐 在 1.0 g 本品中加水 10 ml 及硫酸 5 ml 时，不产生气泡。
(3) 铅 在 1.0 g 本品中加水 4 ml 及稀盐酸 6 ml，不补加蒸发的水煮沸 30 分钟后干涸，再在 100° 下干燥 1 小时。在残留物中加稀盐酸 10 ml 慢慢煮沸 5 分钟后，倾斜在滤纸上过滤。残留物中再加稀盐酸 5 ml，缓慢煮沸 5 分钟后，在前边的滤纸上倾斜过滤。合并滤液作为试验溶液。将该液进行试验时，其允许范围在 20 ppm 以下。
(4) 砷 在 0.40 g 本品中加水 5 ml 及硫酸 1 ml，加热到产生白烟，冷却后，小心加水至 5 ml，以此作试验溶液用装置 C 依法进行试验时，其允许范围在 5 ppm 以下。
- 灼烧减量** 15.0% 以下 (1 g, 500°, 恒重)。

2. 膨 润 土

Bentonite

本品为天然产胶体性含水硅酸铝。

- 性 状** 本品为白色~淡黄褐色微细粉末，几乎无气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.5 g 加稀释硫酸 (1→3) 3 ml，加热至产生白烟为止，冷后，加水 20 ml 后过滤。残留物用水洗涤后，加亚甲基蓝溶液 (1→10000) 2 ml，再用水洗时，残留物呈蓝色。
(2) 取 (1) 的滤液做铝盐的定性反应试验，滤液呈现铝盐的定性反应 (1)、(2) 和 (4)。
- 纯度试验** (1) 铅 适用高岭土的纯度试验 (3)。

(2) 砷 适用高岭土的纯度试验 (4)。

干燥减量 10.0% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

凝胶形成力 取本品 6.0 g 和氧化镁 0.3 g 混合, 分数次加到盛有 200 ml 水的 500 ml 通用塞量筒中, 摇动混合 1 小时, 取此悬浊液 100 ml 加到 100 ml 量筒中至标线, 放置 24 小时, 上层分离的澄清液, 在 2 ml 以下。

3. 滑 石 粉

Talc

本品为天然的含水硅酸镁, 有时含有少量硅酸铝。

性 状 本品为白色微细的结晶性粉末, 有滑的感觉, 几乎无气味。

确认试验 将本品 0.2 g 和无水碳酸钠 0.3 g 及无水碳酸钾 1.3 g 混合, 在铂坩埚或镍坩埚中加热溶解。冷后, 将溶解物用热水 50 ml 转移到烧杯中, 加盐酸至不再有气泡生成为止, 再加 10 ml 盐酸, 在水浴上蒸发干涸。冷后, 加水 20 ml, 在搅拌下煮沸后过滤。滤液加氯化铵 2 g 和氨水试液 5 ml 过滤, 加磷酸氢二钠试液时, 生成白色结晶性沉淀。

纯度试验 (1) 酸可溶物 2% 以下。

(2) 水可溶物 0.4% 以下。

(3) 液性 (2) 的滤液为中性。

(4) 碳酸盐 取本品 1.0 g 加稀硫酸 20 ml, 在 50° 摇动混合 5 分钟, 不产生气泡。

(5) 铁 取 (1) 的滤液 5 ml, 加稀盐酸 10 ml 和水至 50 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 5 ml, 进行试验时, 其限度在 0.7% 以下。比较液取用铁标准液 7 ml。

(6) 砷 取本品 0.40 g 加水 5 ml 和硫酸 1 ml, 加热至发生白烟为止, 冷后, 小心加水 5 ml, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验, 其限度为 5 ppm 以下。

(7) 铅 取本品 1.0 g 加水 4 ml 和稀盐酸 6 ml, 一边蒸发一边补充水, 煮沸 30 分钟后, 蒸发干涸, 再在 100° 干燥 1 小时。残留物加稀盐酸 10 ml, 平静地煮沸 5 分钟后, 在滤纸上倾泻过滤, 残留物再加稀盐酸 5 ml 平静煮沸 5 分钟后, 用前面的滤纸倾泻过滤, 将滤液合并, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。

灼烧残量 5.0% 以下 (1 g, 500°, 恒重)。

4. 烧 石 膏 Exsiccated Gypsum

本品的组成大致为 $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ 。

- 性 状** 本品为白色~灰白色的粉末，无气味。
- 确认试验** 本品 1 g 加水 20 ml，摇荡混合 5 分钟后，过滤，滤液呈钙盐和硫酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 碱 本品 3.0 g 置于通用塞试验管中，加水 10 ml 和酚酞试液 1 滴，强力摇动混合后，液体不呈红色。
(2) 重金属 本品 4.0 g 加冰醋酸 4 ml 和水 96 ml，煮沸 10 分钟，冷后，加水至 100 ml 后，过滤，取此滤液 50 ml 作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。
(3) 砷 本品 0.40 g 加水 5 ml 和硫酸 1 ml，再加亚硫酸 10 ml 后放入小烧杯中，在水浴上加热至亚硫酸消失，蒸发至约 2 ml，加水至 5 ml，作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验，其限度在 5 ppm 以下。
- 固结试验** 取本品 10.0 g 加水 10 ml，立即混合搅拌 3 分钟，测定用指压至不出水所需的时间，从加水开始时起，在 10 分钟以内。

5. 云 母 Mica

本品为天然产含水硅酸铝钾。

- 性 状** 本品为淡灰色粉末或鳞片状粉末，几乎无气味。
- 确认试验** (1) 适用高岭土的确认试验 (1) 和 (2)。
(2) (1) 的滤液呈钾盐的定性反应。
- H** 本品 5.0 g 加新煮沸冷却水 50 ml，搅拌混合后，滤液的 pH 为 7.0~10.0。
- 纯度试验** (1) 酸可溶物 适用高岭土的纯度试验 (1)。
(2) 碳酸盐 适用高岭土的纯度试验 (2)。
(3) 砷 适用高岭土的纯度试验 (4)。
(4) 铅 适用高岭土的纯度试验 (3)，但是，其限度为 30 ppm 以下。
- 灼烧减量** 15.0% 以下 (1 g, 500°, 恒量)。

6. 氧 化 镁 Magnesium Oxide

MgO , 40.31

本品灼烧后的产物定量时, 氧化镁 (MgO) 含量在 90.0% 以上。

性 状

本品为白色粉末, 无气味。

确认试验

本品 0.2 g 加稀盐酸 10 ml 溶解后, 液体呈镁盐的定性反应。

纯度试验

(1) 酸不溶物 取本品 2.0 g, 进行试验时, 酸不溶物在 0.1% 以下。

(2) 碱和可溶性盐 本品 2.0 g, 加水 100 ml, 盖上表面皿, 在水浴上加热 5 分钟后, 立即过滤, 冷后, 取滤液 50 ml, 加甲基红试液 2 滴和 0.1 N 硫酸 2.0 ml 时, 液体为红色, 此外, 取滤液 25 ml 蒸发干涸, 残留物在 105° 干燥 1 小时, 其量在 10 mg 以下。

(3) 碳酸盐 本品 0.10 g 加水 5 ml 煮沸, 冷后, 加醋酸 5 ml 时, 几乎不产生泡沫。

(4) 铁 本品 0.04 g 加稀硝酸 7.5 ml, 煮沸 1 分钟, 冷后, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度在 0.05% 以下。比较液取用铁标准液 2.0 ml。

(5) 氧化钙 将本品在 900° 灼烧至恒重, 精确称取约 0.25 g, 加稀盐酸 6 ml, 加热使溶解。冷后, 加水 300 ml 和酒石酸溶液 (1→5) 5 ml, 再加三乙醇胺溶液 (3→10) 10 ml 和 8 N 氢氧化钾试液 10 ml, 放置 5 分钟后, 用 0.01 mol/L EDTA 二钠液滴定 (指示剂: NN 指示剂 0.1 g)。滴定的终点, 为液体从红紫色变为蓝色。用同样的方法进行空白试验以作修正。

0.01 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 0.5608 mgCaO

氧化钙 (CaO) 的量在 1.5% 以下。

(6) 铅 取本品 1.0 g 加水 30 ml 后, 分次加少量稀盐酸共 10 ml, 在水浴上加温溶解。冷后, 加水至 50 ml, 过滤后作为试验溶液。取试验溶液 20 ml, 进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。

(7) 砷 取本品 0.40 g 加水 5 ml 和稀硫酸 5 ml, 加温溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C 如法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。

(8) 氟 精确称取本品约 1 g, 按氟的试验法进行试验, 其限度在 0.05% 以下。

灼烧减量 10% 以下 (0.25 g, 900°, 恒重)。

定 量 法

将本品在 900° 灼烧至恒重, 精确称取约 0.20 g 加水 10 ml 和稀盐酸 4 ml 溶解, 加水至 100 ml。取此液 25 ml 加水 50 ml 和 pH 10.7 的氨水-氯化铵缓冲液 5 ml, 用 0.05 mol/L EDTA 二钠液滴定 (指示剂: 羊毛铬黑 T-氯化钠指示剂 0.04 g)。用同样的方法进行空白试验以作修正。

从这里的 0.05 mol/L EDTA 二钠液消耗量减去纯度试验 (5) 中氧化钙相应的 0.05 mol/L EDTA 二钠的量即为 MgO 消耗的 EDTA 二钠量。

0.05 mol/L EDTA 二钠 1 ml = 2.0152 mgMgO

氧化钙 (CaO) 1 mg = 0.05 mol/L EDTA 二钠液 0.36 ml

7. 氧化 锌

Zinc Oxide

ZnO, 81.38

- 本品灼烧后定量时, 氧化锌 (ZnO) 含量在 99.5% 以上。
- 性 状** 本品为白色无晶极微细的粉末, 无气味, 无味。
- 确认试验** (1) 本品灼烧时变为黄色, 然后将它放冷, 恢复原来颜色。
(2) 本品的稀盐酸溶液 (1→10), 呈锌盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 碳酸盐和溶状 本品 2.0 g 加水 10 ml 振荡混合, 加稀硫酸 30 ml, 在水浴上搅拌加热时, 几乎不产生泡沫。此外, 液体无色澄明。
(2) 碱 本品 1.0 g 加温水 10 ml, 振荡混合, 冷后过滤, 滤液加酚酞试液 2 滴时, 液体不呈红色, 或虽呈红色但加 0.1 N 盐酸 0.3 ml 时, 其红色消失。
(3) 硫酸盐, 本品 0.5 g 加水 40 ml 振荡混合, 过滤。取滤液 20 ml, 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验时, 其限度在 0.096% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.50 ml。
(4) 铁和其它金属 取 (1) 的滤液 2.0 ml 作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.02% 以下。比较液取用铁标准液 2.0 ml。此外, 取 (1) 的液体 5 ml 加硫化钠试液 1 滴时, 液体和沉淀均不着色。
(5) 铅 本品 1.0 g 加水 30 ml, 混合并加硝酸 10 ml, 在水浴上加热溶解。冷后, 加水至 50 ml。取此液 20 ml, 作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 40 ppm 以下。标准液取用柠檬酸铵试液 5 ml 和氰化钾试液 20 ml。
(6) 砷 本品 1.0 g 加稀硫酸 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。
(7) 水可溶物 0.1% 以下。
- 灼烧减量** 1.0% 以下 (2 g, 500°, 恒重)。
- 定量法** 将本品在 500°灼烧至恒重, 在干燥器(硅胶)中放冷, 精确称取约 1.5 g, 加水 50 ml 和稀释盐酸 (1→2) 20 ml, 加热溶解。如有不溶物残留, 则加硝酸 3 滴使完全溶解。冷后, 加水至 250 ml。取此液 25 ml, 加 pH 5.0 的醋酸-醋酸铵缓冲液 10 ml。加稀释氨水 (1→2) 调 pH 至 5.0~5.5, 加水至 250 ml, 用 0.05 mol/LEDTA二钠滴定至变为黄色(指示剂: 二甲酚橙试液 0.5 ml)。
 $0.05 \text{ mol/LEDTA二钠液 } 1 \text{ ml} = 4.069 \text{ mgZnO}$

8. 氧化钙 (生石灰)

Calcium Oxide

CaO, 56.08

本品灼烧后定量时, 氧化钙 (CaO) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色硬块，也含粉末，无气味。

确认试验 (1) 本品用水润湿时，放热而变为白色粉末。把它和约 5 倍量的水混合时，呈碱性。

(2) 取本品 1.0 g 加水 20 ml 混合，滴加醋酸溶解后的液体，呈钙盐的定性反应。

纯度试验 (1) 酸不溶物取本品 5.0 g，进行试验时，其含量在 0.2% 以下。

(2) 碳酸盐 取本品 1.0 g 加少量水使它崩坏，加水 50 ml 摇荡混合，暂时放置，将上层乳状液大部分用倾斜法除去。残留物加过量的稀盐酸时，液体不产生显著的泡沫。

(3) 镁或碱金属 本品 1.0 g 加水 75 ml 混合，滴加盐酸使溶解后，再追加盐酸 1 ml，煮沸 1~2 分钟，用氨水试液中和。然后滴加过量的热草酸铵试液后，在水浴上加热 2 小时。冷后，加水至 200 ml 摇荡混合后过滤。取滤液 50 ml，加硫酸 0.5 ml，蒸发干涸，残留物在 600° 灼烧至恒重为止。其量在 15 mg 以下。

(4) 重金属 本品 1.0 g 加稀盐酸 10 ml 溶解，在水浴上蒸发干涸，残留物加水 40 ml 溶解后过滤。取滤液 20 ml，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验，其限度为 40 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 本品 0.40 g 加稀盐酸 5 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，如法进行试验，其限度在 5 ppm 以下。

(6) 氟 精确称取本品约 1 g，按氟试验法进行试验时，其限度为 0.05% 以下。

灼烧减量 10.0% 以下 (1 g, 900°, 恒重)。

定量法 将本品在 900° 灼烧至恒重为止，放入干燥器 (硅胶) 中放冷，精确称取约 0.7 g，加水 50 ml 及稀释盐酸 (1→3) 8 ml，加热溶解，冷后，准确加水至 250 ml。准确取此液 10 ml，加水 50 ml 和 8 N 氢氧化钾试液 2 ml，用 0.20 mol/L EDTA 二钠液滴定 (指示剂: NN 指示剂 0.1 g)。滴定的终点为液体从红紫色变为蓝色。

0.02 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 1.1216 mgCaO

9. 轻质碳酸钙 (沉淀碳酸钙)

Precipitated Calcium Carbonate

CaCO₃, 100.09

本品为用化学方法制取的碳酸钙。本品干燥物定量时，碳酸钙 (CaCO₃) 含量在 96.0% 以上。

性 状 本品为白色柱状或纺锤状微细结晶性粉末，无气味，无味。

确认试验 本品 0.5 g 加稀盐酸 30 ml 时，即产生泡沫而溶解。将此液煮沸后，加氨水

试液至中性，液体呈钙盐的定性反应。

相对密度 d_{4}^{20} : 2.6~2.9 (第2法)。

纯度试验 (1) 酸不溶物 0.5% 以下 (5 g)。

(2) 镁或碱金属 本品 1.0 g，加水 20 ml 和稀盐酸 10 ml 的混合液溶解煮沸后，加氨水试液至呈中性。滴加草酸铵试液至草酸钙完全沉淀。将它在水浴上加热 1 小时，冷后，加水至 100 ml，过滤。取滤液 50 ml，加硫酸 0.5 ml，蒸发干涸，残留物灼烧 (600°) 至恒重时，其量为 10 mg 以下。

(3) 钡 将 (1) 的滤液进行焰色反应时，不呈绿色。

(4) 铅 本品 1.0 g 加水 30 ml，在水浴上加温时，每次加入少量盐酸共加 10 ml，冷后，加水至 50 ml，过滤后作为试验溶液，取试验溶液 20 ml，进行试验时，其限度为 20 ppm 以下。

(5) 砷 本品 0.40 g 加稀硫酸 10 ml，加温，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度在 5 ppm 以下。

(6) 氟 0.04% 以下。

干燥减量 2.0% 以下 (1 g, 180°, 4 小时)。

定量法 将本品干燥，精确称取约 1 g，用稀盐酸 20 ml 和水 20 ml 的混合液溶解，加水至 100 ml，取此液 10 ml 加水 90 ml 和 pH 12.8 的氢氧化钠-氰化钾缓冲液 5 ml 后，用 0.05 mol/L EDTA 二钠液滴定 (指示剂: NN 指示剂 0.1 g)。滴定的终点为液体从红色变为蓝色。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 5.004 mgCaCO₃

10. 重质碳酸钙

Heavy Calcium Carbonate

CaCO₃: 100.09

本品为碳酸钙原石经粉碎制成。本品干燥物定量时，碳酸钙 (CaCO₃) 含量在 97.0% 以上。

性状 本品为白色无定形微细粉末，无气味，无味。

确认试验 适用轻质碳酸钙的确认试验。

相对密度 d_{4}^{20} : 2.6~2.9 (第2法)。

纯度试验 (1) 酸不溶物 适用轻质碳酸钙的纯度试验 (1)。

(2) 镁或碱金属 适用轻质碳酸钙的纯度试验 (2)。

(3) 钡 适用轻质碳酸钙的纯度试验 (3)。

(4) 铅 适用轻质碳酸钙的纯度试验 (4)。

(5) 砷 适用轻质碳酸钙的纯度试验 (5)。

(6) 氟 0.01% 以下。

干燥减量 2.0% 以下 (1 g, 180°, 4 小时)。

定量法 适用轻质碳酸钙的定量法。

0.05 mol/L EDTA二钠液 1 ml = 5.004 mgCaCO₃

11. 轻质碳酸镁

Light Magnesium Carbonate

本品为含水盐基性碳酸镁或含水正碳酸镁组成。本品定量时,氧化镁(MgO; 40.30)含量为 40.0~44.0%。

性 状

本品为白色轻而脆的块状物,或为体积大的粉末,无气味。

确认试验

(1) 本品呈碳酸盐的定性反应 (1)。

(2) 本品 1 g 加少量稀盐酸溶解,加氢氧化钠试液至中性后的液体,呈镁盐的定性反应。

纯度试验

(1) 水可溶物 1%以下。试验时用新煮沸后冷却的水。

(2) 氧化钙 精确称取本品约 1 g,加稀释硫酸(3→25)25 ml 溶解,加乙醇 50 ml,放置 12 小时,若有结晶生成,则加温至 50°溶解后,沉淀用已知重量的古氏坩埚滤取。将沉淀用乙醇和稀硫酸(2:1)的混合液 5 ml 洗 3 次,灼烧至暗红色达到恒重为止。称得的重量作为硫酸钙(CaSO₄; 136.14)的量,从而求得氧化钙的量(CaO; 56.08),其限度为 0.6%以下。

氧化钙(CaO)的量(mg) = 硫酸钙(CaSO₄)量(mg) × 0.4119

(3) 酸不溶物 0.05%以下(5 g)。

(4) 铁 取本品 0.10 g 加盐酸 5 ml 溶解,以此作为试验溶液,进行试验时,其限度为 0.02%以下。比较液取用铁标准液 2.0 ml。

(5) 铅 取本品 1.0 g 加水 30 ml 后,加稀盐酸每次加入少量在水浴上加温溶解,共加稀盐酸 10 ml。冷后,加水至 50 ml,过滤后作为试验溶液。取试验溶液 20 ml,进行试验时,其限度在 20 ppm 以下。

(6) 砷 取本品 0.40 g 加水 5 ml 和稀硫酸 5 ml。加温溶解,以此作为试验溶液,采用装置 C,按方法进行试验时,其限度在 5 ppm 以下。

(7) 氟 0.013%以下。

沉降试验

取通过标准网筛 149 μm 的本品 1.0 g,放于从底部起 150 mm 处为 50 ml 刻度的通用塞量筒内,加水至 50 ml,准确强烈摇荡混合 1 分钟后静置,到 15 分钟时测量沉下物的高度,在刻度 12 ml 以上。

定 量 法

精确称取本品约 1 g,准确加入 30 ml 1 N 硫酸使溶解,过量的硫酸用 1 N 氢氧化钠液滴定(指示剂:酚酞试液 3 滴)。滴定的终点,为液体煮沸冷却时,持续呈红色之点为终点。用同样的方法进行空白试验。

从 1 N 硫酸的消耗量中减去纯度试验(2)得到的氧化钙(CaO)量相当的 1 N 硫酸的量。

1 N 硫酸 1 ml = 20.152 mgMgO

氧化钙(CaO)的量 1 mg = 1 N 硫酸 0.0357 ml

12. 重质碳酸镁

Heavy Magnesium Carbonate

MgO, 40.30

本品为含水盐基性碳酸镁或含水正碳酸镁组成。本品定量时，氧化镁含量40.0~43.5%。

- 性 状** 本品为白色粉末，无气味。
- 确认试验** 适用轻质碳酸镁的确认试验。
- 纯度试验** 适用轻质碳酸镁的纯度试验。
- 沉降试验** 适用轻质碳酸镁的沉降试验，但沉下物高度为12 ml 刻度以下。
- 定量法** 适用轻质碳酸镁的定量法。

1 N 硫酸 1 ml = 20.152 mgMgO

13. 玉 米 淀 粉

Corn Starch

本品为从玉米 [*Zea mays* Linné (*Gramineae*)] 种子中取得的淀粉。

- 性 状** 本品为白色块状或粉末，无气味，无味。
- 确认试验** (1) 本品的煮沸水溶液 (1→50) 放冷时，变为混浊的中性糊状液。
(2) 本品加碘试液时，呈暗蓝紫色。
- 纯度试验** 异物 本品用显微镜检验时，不含其它淀粉类。此外，即使含有原植物的组织碎片时，量也极微。
- 干燥减量** 15.0%以下 (2 g, 105°, 恒重)。
- 灼烧残分** 0.5%以下 (第3法, 2 g)。

14. 大 米 淀 粉

Rice Starch

本品为从水稻 [*Oryza sativa* Linné (*Gramineae*)] 种子中取得的淀粉。

- 性 状** 本品为白色块状物或粉末，无气味，无味。
- 确认试验** (1) 本品的煮沸水溶液 (1→50) 放冷时，成为混浊的中性糊状液。
(2) 本品加碘试液时，呈暗蓝紫色。
- 纯度试验** 异物 本品用显微镜检验时，不含其它淀粉。此外，即使含有原植物的组织碎片，含量也极少。
- 干燥减量** 15.0%以下 (2 g, 105°, 恒重)。
- 灼烧残分** 0.5%以下 (第3法, 2 g)。

15. 小麦淀粉

Wheat Starch

本品为从小麦[*Triticum sativum* Lamarck(*Gramineae*)]种子中取得的淀粉。

- 性 状** 本品为白色粉末或块，无气味，无味。
- 确认试验** (1) 本品的煮沸水溶液(1→50)放冷时，成为混浊的中性糊状液。
(2) 本品加碘试液时，呈暗蓝紫色。
- 纯度试验** 异物 本品用显微镜检验时，不含其它淀粉。此外，即使含有原植物的组织碎片，也是极少的。
- 干燥减量** 15.0%以下(2 g, 105°, 恒重)。
- 灼烧残分** 1.0%以下(第3法, 2 g)。

16. 马铃薯淀粉

Potato Starch

本品是从马铃薯[*Solanum tuberosum* Linné(*Solanaceae*)]的块茎中取得的淀粉。

- 性 状** 本品为白色粉末，无气味，无味。
- 确认试验** (1) 本品的煮沸水溶液(1→50)放冷时，形成混浊中性的糊状液。
(2) 在本品中加碘试液时，呈暗蓝紫色。
- 纯度试验** 异物 本品用显微镜检验时，不含其它淀粉类。此外，即使含有原植物组织的碎片，量也极微。
- 干燥减量** 18.0%以下(2 g, 105°, 恒重)。
- 灼烧残分** 0.5%以下(第3法, 2 g)。

17. 月桂酸锌

Zinc Laurate

本品主成分为月桂酸($C_{12}H_{24}O_2$)的锌盐，本品干燥物定量时，锌(Zn, 65.38)的含量为12.5~14.5%。

- 性 状** 本品为白色微细而体积松大的粉末，无气味，或稍有特异气味。
- 确认试验** (1) 适用硬脂酸锌的确认试验(1)。
(2) 适用硬脂酸锌的确认试验(2)。但残留物的熔点为32~45°。
- 纯度试验** (1) 碱土金属和碱金属，适用硬脂酸锌的纯度试验(1)，但是残留物在15 mg以下。
(2) 重金属 适用硬脂酸锌的纯度试验(2)。

(3) 砷 适用硬脂酸锌的纯度试验 (3)。

(4) 游离脂肪酸 适用硬脂酸锌的纯度试验 (4)。但是, 使用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 2.0 ml。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 适用硬脂酸锌的定量法。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 3.2690 mgZn

18. 豆蔻酸镁

Magnesium Myristate

本品主成分为豆蔻酸 ($C_{14}H_{28}O_2$) 的镁盐。本品干燥物定量时, 镁 (Mg; 24.31) 的含量为 4.5~6.0%。

性 状 本品为白色微细而体积大的粉末, 没有气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用硬脂酸镁的确认试验 (1)。

(2) 适用硬脂酸镁的确认试验 (2), 但残留物的熔点为 45~56°。

纯度试验 (1) 重金属 适用硬脂酸铝的纯度试验 (3)。

(2) 砷 适用硬脂酸锌的纯度试验 (3)。

(3) 游离脂肪酸 适用硬脂酸锌的纯度试验 (4)。但是, 用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 1.7 ml。

干燥减量 6.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 适用硬脂酸锌的定量法。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 1.2153 mgMg

19. 豆蔻酸锌

Zinc Myristate

本品主成分为豆蔻酸 ($C_{14}H_{28}O_2$) 的锌盐。本品干燥物定量时, 锌 (Zn; 65.28) 的含量为 11.5~13.5%。

性 状 本品为白色微细而体积大的粉末, 没有气味, 或有少许特异的气味。

确认试验 (1) 适用硬脂酸锌的确认试验 (1)。

(2) 适用硬脂酸锌的确认试验 (2), 但残留物的熔点为 45~56°。

纯度试验 (1) 碱土金属和碱金属 适用硬脂酸锌的纯度试验 (1)。残留物在 15 mg 以下。

(2) 重金属 适用硬脂酸锌的纯度试验 (2)。

(3) 砷 适用硬脂酸锌的纯度试验 (3)。

(4) 游离脂肪酸 适用硬脂酸锌的纯度试验 (4)。但是, 用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 1.7 ml。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 适用硬脂酸锌的定量法。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 3.2690 mgZn

20. 棕榈酸 锌

Zinc Palmitate

本品主成分为棕榈酸 ($C_{16}H_{32}O_2$; 256.43) 的锌盐。本品干燥物定量时, 锌 (Zn ; 65.38) 的含量为 10.5~13.0%。

性 状 本品为白色微细体积大的粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用硬脂酸锌的确认试验 (1)。

(2) 适用硬脂酸铅的确认试验 (2), 残留物的熔点为 50~63°。

纯度试验 适用硬脂酸锌的纯度试验。

干燥减量 1.0%以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 适用硬脂酸锌的定量法。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 3.2690 mgZn

21. 硬脂酸 镁

Magnesium Stearate

本品主要成分是硬脂酸 ($C_{18}H_{36}O_2$) 的镁盐, 本品干燥物定量时, 镁 (Mg ; 24.31) 含量为 4.0~5.0%。

性 状 本品为白色微细体积松大的粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 3 g, 加稀释盐酸 (1→2) 20 ml 和乙醇 30 ml, 强力摇荡混合 3 分钟后放置, 分离的水层, 呈镁盐的定性反应 (2)。

(2) 适用硬脂酸锌的确认试验 (2)。

纯度试验 (1) 重金属 适用硬脂酸铝的纯度试验 (2)。

(2) 砷 适用硬脂酸锌的纯度试验 (3)。

(3) 游离脂肪酸 适用硬脂酸锌的纯度试验 (2)。

干燥减量 6.0%以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 适用硬脂酸锌的定量法。

0.05 ml/L EDTA 二钠液 1 ml = 1.2153 mgMg

22. 硬脂酸 钙

Calcium Stearate

本品主要成分是硬脂酸的钙盐, 本品干燥物定量时, 钙 (Ca ; 40.08) 含量为 6.4~7.1%。

性 状 本品为白色轻质体积松大的粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

- 确认试验** (1) 本品 3 g, 加稀释盐酸 (1→2) 20 ml 和乙醚 30 ml, 强烈振荡混合 3 分钟后放置, 分离出来的水层, 呈钙盐的定性反应 (1)、(2) 和 (4)。
(2) 分取 (1) 的乙醚层, 用稀盐酸 20 ml、10 ml 和水 20 ml 顺次洗涤后, 在水浴上将乙醚馏去, 测定残留物的熔点 (第 2 法) 为 52~70°。
- 纯度试验** (1) 重金属 适用硬脂酸铝的纯度试验 (3)。
(2) 砷 适用硬脂酸锌的纯度试验 (3)。
(3) 游离脂肪酸 适用硬脂酸锌的纯度试验 (4)。
- 干燥减量** 4.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。
- 定量法** 将本品干燥, 精确称取约 0.5 g, 开始时小心慢慢加热, 然后灼烧灰化, 冷后, 残留物加稀盐酸 10 ml, 在水浴上加温 10 分钟后, 用温水 25 ml 移转到烧瓶中, 加氢氧化钠试液至液体开始稍有混浊为止, 然后再加 0.05 mol/L EDTA 二钠液 25 ml, pH 10.7 的氨水-氯化铵缓冲液 10 ml, 羊毛铬黑 T 试液 4 滴和甲基黄试液 5 滴后, 过量的 EDTA 二钠立即用 0.05 mol/L 氯化镁液滴定 (指示剂: 羊毛铬黑 T 试液 4 滴和甲基黄试液 5 滴)。滴定的终点, 为液体从绿色变为红色的变化点。用同样的方法进行空白试验。
 $0.05 \text{ mol/L EDTA 二钠液 } 1 \text{ ml} = 2.004 \text{ mgCa}$

23. 硬 脂 酸 铝

Aluminium Stearate

本品的主要成分为二硬脂酸铝, 本品干燥物定量时, 铝 (Al; 26.98) 的含量为 3.5~6.0%。

- 性 状** 本品为白色微细体积松大的粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 3 g 加稀释盐酸 (1→20) 20 ml, 在水浴上屡屡搅拌加热 10 分钟, 冷后, 加乙醚 30 ml, 强力摇混 3 分钟后放置, 分离出来的水层, 呈铝盐的定性反应 (1)。
(2) 适用硬脂酸锌的确认试验 (2)。
- 纯度试验** (1) 水可溶物 取本品 2.0 g 置于三角烧瓶中, 加水 80 ml, 轻轻塞好, 放在水浴上屡屡摇动加热 30 分钟, 冷后, 用干燥的滤纸过滤, 用少量水洗涤, 将洗液与滤液合并, 加水至 100 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 50 ml, 在水浴上蒸发干涸, 进一步灼烧, 残留物在 10 ppm 以下。
(2) 碱土类金属和碱金属 适用硬脂酸锌的纯度试验 (1)。残留物在 20 ppm 以下。
(3) 重金属 取本品 1.0 g, 开始时小心加热, 逐渐升温灼烧灰化, 冷后加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加水 20 ml 和稀醋酸 2 ml, 加热 2 分钟, 冷后, 过滤, 用 15 ml 水洗涤。将洗液和滤液合并, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 适用硬脂酸锌的纯度试验 (3)。

干燥减量 2.0%以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称量约 1 g, 小心用弱火灰化, 冷后, 加硝酸 0.5 ml, 在水浴上加热蒸发干涸后, 在约 900~1100°灼烧至恒重, 冷后即速称其重量, 求得氧化铝 (Al_2O_3 ; 101.96) 的量。

铝 (Al) 的量 (mg) = 氧化铝 (Al_2O_3) 的量 (mg) \times 0.5293

24. 硬 脂 酸 锌

Zinc Stearate

本品主成分为硬脂酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$) 的锌盐, 本品干燥物定量时, 锌 (Zn; 65.38) 含量为 10.0~12.5%。

性 状 本品为白色微细体积松大的粉末, 没有气味, 或稍有气味。

确认试验 (1) 本品 3 g 加稀释盐酸 (1→2) 20 ml 和乙醚 30 ml, 强烈混合 3 分钟后放置。分层的水层, 呈锌盐的定性反应 (1)。

(2) 分取 (1) 的乙醚层, 用稀盐酸 20 ml、10 ml, 然后用水 20 ml 顺次洗涤后, 将乙醚在水浴上馏去, 测定残留物的熔点 (第 2 法) 为 52~70°。

纯度试验 (1) 碱土金属和碱金属 本品 2.0 g 加水 50 ml 和盐酸 10 ml, 屡屡摇荡混合并加热煮沸至分离的脂肪酸层呈透明为止, 趁热过滤。残留物用热水洗涤, 将洗液和滤液合并, 加氨水试液 30 ml 后, 加硫化铵试液至沉淀完全, 加水至 200 ml, 摇荡混合后, 用干燥滤纸过滤。弃除开始的 20 ml 滤液, 取 100 ml 滤液加 0.5 ml 硫酸蒸发干涸后, 灼烧至恒重时, 残留物在 10 mg 以下。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 小心加热, 慢慢灼烧灰化。冷后, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸, 残留物加水 15 ml 和稀醋酸 2 ml, 加热 2 分钟, 冷后过滤, 用水 15 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加氰化钾试液 10 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml 和氰化钾试液 10 ml。

(3) 砷 本品 1.0 g 加稀释盐酸 (1→2) 5 ml 和乙醚 20 ml, 强烈摇荡混合 3 分钟, 放置后, 分取其水层作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

(4) 游离脂肪酸 本品 2.0 g 加中性乙醇-乙醚试液 50 ml, 强力摇荡混合后, 用干燥滤纸过滤, 将容器和滤纸用中性乙醇-乙醚试液洗涤, 每次用试液 10 ml 洗涤 2 次, 将洗液和滤液合并, 加酚酞试液 3 滴和 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 1.4 ml 时, 液体呈红色。

干燥减量 1.0%以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.5 g, 加稀释硫酸 (1→300) 50 ml, 在屡屡摇荡混合下加热煮沸至脂肪酸层变为透明为止。冷后过滤, 用水洗至滤液呈中

性。将洗液和滤液合并，加氢氧化钠试液至液体稍带混浊为止，然后再加 pH 10.7 的氨水-氯化铵缓冲液 10 ml，立即用 0.05 mol/L EDTA 二钠液滴定（指示剂：羊毛铬黑 T 试液 0.2 ml）。滴定的终点为液体从红紫色变为蓝色之点。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 3.2690 mgZn

六、化妆品用辅助原料

(一) 香 料

A. 醇 类

1. 己 基 癸 醇

2-Hexyl decanol

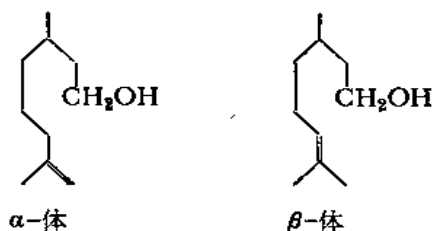
$C_{16}H_{34}O$, 242.44

本品主成分为 2-己基癸醇。

性 状	本品为无色透明油液，几乎没有气味。
相对密度	d_4^{20} : 0.835~0.850。
折光指数	n_D^{20} : 1.445~1.455。
酸 价	1 以下 (第 2 法, 10 g)。
碘 价	10 以下。
羟 价	205~235。
冷却试验	本品在 -20° 不产生混浊，但需用浊点测定法试验。
灼烧残分	0.10% 以下 (第 2 法, 5 g)。

2. 香 茅 醇

Citronellol



$C_{10}H_{20}O$, 156.27

本品主要成分为香茅醇，还含其它萜烯醇类。本品定量时，香茅醇含量在 94.0% 以上。

性 状	本品为无色透明液体，有特异香气。
折光指数	n_D^{20} : 1.453~1.463。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.853~0.864 (第1法)。

酸价 1 以下 (第1法, 5 g)。

酯价 4 以下 (第2法, 5 g)。

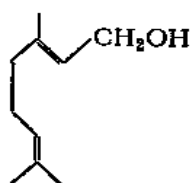
纯度试验 (1) 溶状 本品 2.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解, 液体澄明。

(2) 醛类 取本品 5.0 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验时, 0.5 N 盐酸消耗量在 1.3 ml 以下。但放置时间为 15 分钟。

定量法 按香料试验法 (4) 醇类含量及总醇类含量测定法第 1 法进行试验。乙酰化油精确称量约 1 g。

3. 香 叶 醇

Geraniol



$C_{10}H_{18}O$, 154.25

本品主成分为香叶醇及其它萜烯醇类, 本品定量时, 香叶醇含量在 85.0% 以上。

性 状 本品为无色~淡黄色透明液体, 有特异香气。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.870~0.889 (第1法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.469~1.479。

酸 价 1 以下 (第1法, 5 g)。

酯 价 6 以下 (第2法, 5 g)。

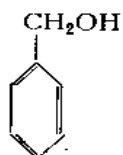
纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 ml, 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml 溶解时, 液体澄明。

(2) 醛类 取本品 5.0 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验时, 0.5 N 盐酸的消耗量在 1.5 ml 以下。放置时间为 15 分钟。

定量法 按香料试验法 (4) 醇类含量和总醇类含量测定法第 1 法进行试验。乙酰化油精确称取约 1 g。

4. 苄 醇

Benzyl Alcohol



C_7H_8O , 108.14

本品定量时，苄醇 (C_7H_8O) 含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体，稍有特异的气味。

确认试验 本品 3 滴，加高锰酸钾溶液 (1→20) 5 ml，然后加稀硫酸至酸性时，发生苯甲醛的气味。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.042~1.053 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.538~1.541。

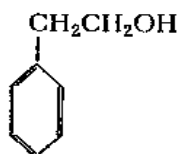
纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 ml 加水 50 ml 溶解时，液体虽混浊但油分不马上分离。
(2) 酸或碱 本品 10 ml 加中和的乙醇 10 ml 溶解，加酚酞试液 2 滴时，液体不呈红色。在其中加 0.1 N 氢氧化钠 0.20 ml 振荡混合时，液体呈红色。
(3) 氯化物 适用香料试验法 (1) 卤素试验法。

定 量 法 精确称取本品约 0.7 g，按羟基测定法定量。滴定时采用 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 54.07 mg C_7H_8O

5. 苯 乙 醇

Phenylethyl Alcohol



$C_8H_{10}O$, 122.17

本品定量时，苯乙醇 ($C_8H_{10}O$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色透明的液体，有特异的香气。

确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钾 0.5 g，用小火慢慢煮沸时，有苯乙烯样的气味发生。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.020~1.024 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.528~1.535。

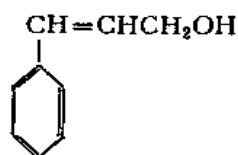
纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 ml，加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.951~0.952) 5.0 ml 溶解时，液体澄明。

(2) 酸或碱 本品 10 ml 加中性乙醇 10 ml 溶解, 加酚酞试液 2 滴时, 液体不呈红色, 0.1 N 氢氧化钠 0.20 ml, 振荡混合时, 液体呈红色。

(3) 氯化物 按香料试验法 (1) 卤素试验法进行试验。

定量法 按香料试验法 (4) 醇类含量及总醇类含量测定第 1 法进行试验。乙酰化油约精确称取 1 g。

6. 肉桂醇 Cinnamyl Alcohol



$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$; 134.18

本品定量时, 肉桂醇 ($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$) 含量在 98.0% 以上。

性状 本品为无色~微黄色液体, 或为白色~微黄色结晶块, 有特异香气。

确认试验 取本品 3 滴或 0.2 g, 加高锰酸钾溶液 (1→20) 5 ml 和稀硫酸 1 ml, 振荡混合时, 发生肉桂醛的香气。

凝固点 28~34°。

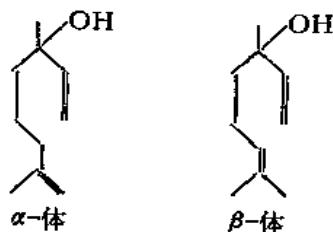
酸价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g, 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.933~0.934) 3.0 ml, 在 35° 加温溶解时, 液体澄明。

(2) 肉桂醛 取本品 5.0 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验时, 0.5 N 盐酸的消耗量, 在 1.1 ml 以下。放置时间为 15 分钟。

定量法 按照香料试验法 (4) 醇类含量和总醇类含量测定法第 1 法进行试验。乙酰化油精确称取约 1 g。

7. 芳樟醇 Linalool



$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$; 154.25

本品主成分为芳樟醇, 还含其它萜烯醇。本品定量时, 芳樟醇 ($\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$)

含量在 92.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体，有特异的芳香。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.861~0.867 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.460~1.465。

酸 价 1.0 以下 (第 1 法, 5 g)。

酯 价 2.0 以下 (第 2 法, 5 g)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 2.0 ml 加稀释乙醇 (d_{44}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解时，液体澄明。

(2) 氯化物 适用香料试验法 (1) 卤素试验法。

定 量 法 取本品 10 ml 置于烧瓶中，在冰水中冷却后，加二甲基苯胺 20 ml 振荡混合。加乙酰氯 (芳樟醇定量用) 10 ml 和醋酐 5 ml，装上磨口塞的空气冷却器后，振荡混合，在冰水中静置 5 分钟，然后，在室温放置 30 分钟，在 $50 \pm 1^\circ$ 的温水中加温 4 小时。冷后，将内容物置于分液漏斗中，用冰水洗 3 次，每次用冰水 75 ml，再反复用稀硫酸洗，每次用 25 ml，洗至洗液加氢氧化钠试液，即使加到碱性也不产生混浊为止。然后用碳酸钠试液洗，洗至洗液变为碱性为止。最后用氯化钠试液洗，洗至洗液呈中性为止后，移于干燥容器，于此加无水硫酸钠 2 g，振荡混合，放置 30 分钟后过滤。这样得到的乙酰化油精确称取约 1 g，按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。根据下式计算芳樟醇含量。

$$\text{芳樟醇的含量}(\%) = \frac{7.712(a-b)}{s - 0.021020(a-b)}$$

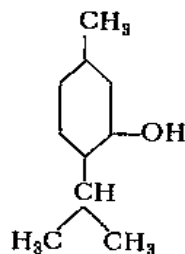
这里， a : 空白试验的 0.5 N 盐酸消耗量 (ml)；

b : 本试验的 0.5 N 盐酸的消耗量 (ml)；

s : 乙酰化油的量 (g)。

8. *l*-薄荷醇

l-Menthol



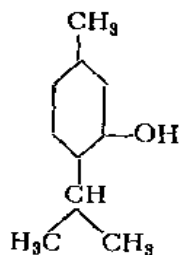
$C_{10}H_{20}O$; 156.27

本品为薄荷 [*Mentha arvensis* Linné var *piperascents* Holmes (*Labiatae*)] 经水蒸汽蒸馏所得的精油，冷却后制取的固形物。本品也可用合成法生产。

- 性 状** 本品为无色柱状或针状结晶，或为白色小薄片或结晶性粉末，有特异的爽快芳香，味在开始时为药样，然后转为清凉。
- 确认试验** (1) 在本品中，加入等量的樟脑，水合氯醛或百里酚混合时，变为液体。
(2) 本品 1 g 加硫酸 20 ml，振荡混合时，液体变为混浊而呈黄红色。将它放置 24 小时后，分离出没有薄荷香气的透明油层。
- 熔 点** 42~44° (第 1 法)。
- 比旋光度** $[\alpha]_D^{20}$: -45~-51° (2.5 g, 乙醇, 25 ml, 100 mm)。
- 纯度试验** (1) 蒸发残留物 本品 2.0 g 在水浴上加热挥发，残留物在 105°干燥 2 小时，其量在 1 mg 以下。
(2) 百里酚 本品 0.20 g，加冰醋酸 2 ml，硫酸 6 滴和硝酸 2 滴的冷却混合液时，不着色。
(3) 硝基甲烷 本品 0.5 g，加氢氧化钠试液 1 ml，平静地煮沸 2 分钟，冷后，加对氨基苯磺酸- α -萘胺试液 0.5 ml 时，在 5 分钟内不呈红色。

9. *dl*-薄荷醇

dl-Menthol

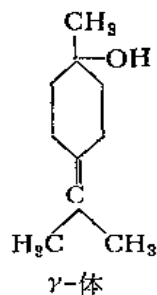
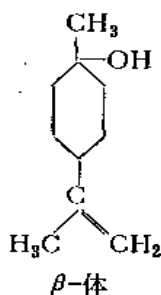
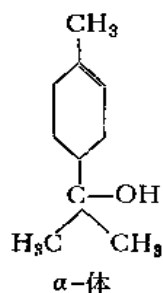


$C_{10}H_{20}O$; 156.27

- 性 状** 本品为无色柱状或针状结晶，或为白色小薄片或结晶性粉末，有特异爽快芳香，味开始时有药样味，后转为清凉。
- 确认试验** 适用 *l*-薄荷醇的确认试验。
- 熔 点** 32~38° (第 1 法)。
- 比旋光度** $[\alpha]_D^{20}$: -2~+2° (2.5 g, 乙醇, 25 ml, 100 mm)。
- 纯度试验** 适用 *l*-薄荷醇的纯度试验。

10. 松 油 醇

Terpineol



$C_{10}H_{18}O$; 154.25

本品主要成分为 α -体,其它还含 β -体和 γ -体。本品定量时,松油醇($C_{10}H_{18}O$)含量在97.0%以上。

性 状 本品为无色~微黄色透明液体,有特异的香气。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.932~0.941 (第1法)。

折光指数 n_{20}^{20} : 1.481~1.486。

纯度试验 溶状 本品1.0 ml加稀释乙醇(d_{15}^{15} : 0.899~0.890) 3.0 ml溶解,液体澄明。

定 量 法 本品5.0 g和二甲苯20.0 g正确称取后,加醋酐10 ml和新加热熔化的无水醋酸钠粉末1 g,装上回流冷却器平静地煮沸6小时。冷后,加水10 ml,在水浴上屡屡摇动混合加热15分钟后,将内容物倒入分液漏斗中,将水层分离。油层用碳酸钠试液洗涤至洗液呈碱性为止。再用氯化钠试液洗至洗液呈中性为止后,放入干燥容器中,加无水硫酸钠2 g,摇荡混合,放置30分钟后过滤。

精确称取此滤液约5 g,按香料试验法(2)酯含量测定法进行试验。这里,加热时间为4小时,按下式求松油醇的含量。用同样的方法进行空白试验:

$$\text{松油醇含量}(\%) = \frac{154.25 \times (a - b) \times 0.5}{[s - (a - b) \times 0.21020] \times 5/25 \times 1000} \times 100$$

这里, a : 空白试验的0.5 N 盐酸消耗量 (ml);

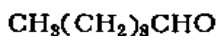
b : 本试验的0.5 N 盐酸消耗量 (ml);

s : 滤液的采取量 (g)。

B. 醛 类

1. 癸 醛

Decyl Aldehyde (Aldehyde C-10)



$\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$; 156.27

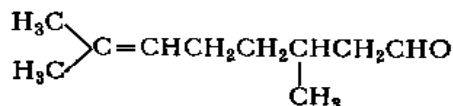
本品定量时，癸醛 ($\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$) 含量在 92.0% 以上。

- 性 状** 本品为无色~微黄色透明液体，有特异的香气。
- 确认试验** 本品 1 ml 加亚硫酸氢钠试液 3 ml，振荡混合时，立即发热生成结晶块。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 0.822~0.834 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.427~1.435。
- 酸 价** 10 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml，溶解后液体澄明。
- 定 量 法** 精确称取本品约 1 g，按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验。放置时间为 15 分钟。

0.5 N 盐酸 1 ml = 78.13 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$

2. 香 茅 醛

Citronellal



$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$; 154.25

本品定量时，香茅醛 ($\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$) 含量在 85.0% 以上。

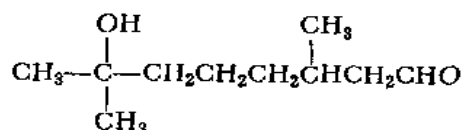
- 性 状** 本品为无色透明液体，有特异的香气。
- 确认试验** 本品 1 ml 加亚硫酸氢钠试液 2 ml 和碳酸钠试液 2 滴，振荡混合时，发热而生成白色结晶块。在其中再加亚硫酸氢钠试液 10 ml，在水浴上边摇动边加热，结晶块即溶解。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.446~1.453。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 0.852~0.860 (第 1 法)。
- 酸 价** 3 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解，液体澄明。
- 定 量 法** 精确称取本品约 1 g，按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟

胺法第2法进行试验, 放置时间为15分钟。

0.5 N 盐酸 1 ml = 77.13 mg C₁₀H₁₈O

3. 羟基香茅醛

Hydroxycitronellal



C₁₀H₂₀O₂: 172.27

本品定量时, 羟基香茅醛 (C₁₀H₂₀O₂) 含量在 90.0% 以上。

性 状

本品为无色~微黄色透明液体, 有特异的香气。

确认试验

本品 1 ml 加亚硫酸氢钠试液 5 ml, 振荡混合时, 发热而溶解, 冷却时, 变为结晶块。

相对密度

d_{20}^{20} : 0.921~0.928 (第1法)。

折光指数

n_D^{20} : 1.447~1.450。

纯度试验

(1) 溶状 本品 2.0 ml, 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.933~0.934) 3.0 ml 溶解时, 液体澄明。

(2) 游离酸 本品 1.0 g 加中性乙醇 10 ml 溶解, 加酚酞试液 2 滴和 0.1 N 氢氧化钠液 2 ml 时, 液体呈红色。

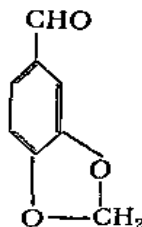
定 量 法

精确称量本品约 1 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 胺法第2法进行试验。放置时间为1小时。

0.5 N 盐酸 1 ml = 86.13 mg C₁₀H₂₀O₂

4. 胡 椒 醛

Piperonal



C₈H₆O₃: 150.13

本品干燥物定量时, 胡椒醛 (C₈H₆O₃) 含量在 99.0% 以上。

性 状

本品为白色结晶或块状物, 有特异香气。

确认试验

(1) 本品 0.10 g 加硫酸 2 ml 溶解, 加间苯二酚-乙醇溶液 (1→20) 2 滴时, 液体呈暗红色。

(2) 本品 1 g 加温熔化, 加亚硫酸氢钠试液 5 ml, 振荡混合并在水浴上加热时, 有白色结晶块生成。

熔 点 35.5~37 (第 1 法)。

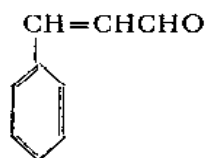
纯度试验 溶状 本品 1.0 g 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 8.0 ml 溶解时, 液体澄明。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 硅胶, 4 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 1 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验。但是, 放置时间为 15 分钟。

0.5 N 盐酸 1 ml = 75.07 mg $C_9H_8O_3$

5. 肉 桂 醛 Cinnamic Aldehyde



C_9H_8O , 132.16

本品定量时, 肉桂醛 (C_9H_8O) 含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为淡黄色~黄色的透明液体, 有特异香气和药样的甜味。

确认试验 (1) 本品 5 滴加均苯三酚-盐酸试液 1 滴时, 液体呈红色, 产生沉淀。

(2) 本品 4 滴加硝酸 4 滴, 振荡混合, 冷却至 5° 以下时, 产生白色~淡黄色结晶。

相对密度 d_{4}^{20} : 1.050~1.056 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.618~1.625。

酸 价 10 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 ml, 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.913~0.914) 10.0 ml 溶解时, 液体澄明。

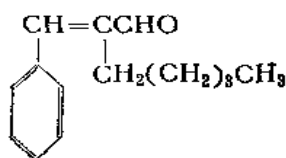
(2) 氯化物 适用香料试验法 (1) 卤素试验法。

灼烧残分 0.02% 以下 (第 2 法, 5 g)。

定量法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验。放置时间为 15 分钟。

0.5 N 盐酸 1 ml = 66.08 mg C_9H_8O

6. α -戊基肉桂醛
 α -Amyl Cinnamic Aldehyde

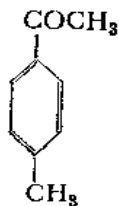


$C_{14}H_{18}O$, 202.30

- 本品定量时, α -戊基肉桂醛 ($C_{14}H_{18}O$) 含量应在 98.0% 以上。
- 性 状** 本品为淡黄色~黄色透明液体, 有特殊的香味。
- 确认试验** (1) 1 滴本品加水 1 ml 充分振摇混合后, 加 2 滴硝普酸钠液及 2 滴氢氧化钠液 (3 \rightarrow 10) 振摇混合时, 液体呈深黄色, 再加 5 滴醋酸时, 液体颜色变淡。
 (2) 在 5 ml 本品中加 20 ml 乙醇溶解, 再加 1.7 g 盐酸羟胺及 1.3 g 氢氧化钠溶于 5 ml 水的溶液, 充分振荡混合, 放置约 90 分钟, 有白色结晶析出, 滤取此结晶再用乙醇作溶剂重结晶。按第 1 法测定其熔点为 73~77℃。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 0.967~0.973 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.554~1.561。
- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** (1) 溶解性 在 1 ml 本品中, 加稀乙醇 (d_{15}^{15} : 0.863~0.864) 5.0 ml 溶解时, 液体澄清透明。
 (2) 氯化物 按香料试验法 (1) 卤素试验法进行试验。
- 定 量 法** 精确称取本品约 1.5 g, 按照香料试验法 (5) 醛类及酮类含量测定法 (iii) 羟胺第 2 法进行试验。加热时间定为 30 分钟。
 1 ml 0.5 N 盐酸 = 101.15 mg $C_{14}H_{18}O$

C. 酮 类

1. 对甲基苯乙酮
 p -Methyl Acetophenone

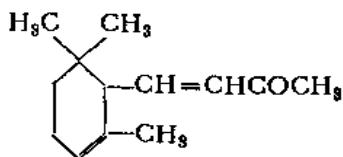


$C_9H_{10}O$, 134.18

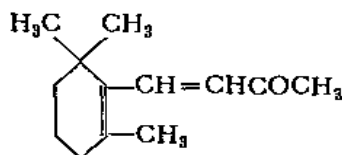
- 本品定量时, 对甲基苯乙酮 ($C_9H_{10}O$) 含量在 98.0% 以上。
- 性 状** 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异的香气。
- 确认试验** 本品 1 滴加水 1 ml, 振荡混合后, 加硝普酸钠试液 2 滴, 然后加氢氧化钠溶液 (3→10) 2 滴时, 液体呈橙红色。再在其中加醋酸 5 滴时, 液体呈淡紫色。
- 相对密度** d_{4}^{20} : 1.004~1.008 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.532~1.535。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml 溶解时, 液体澄明。
- (2) 氯化物 按香料试验法 (1) 卤素试验法进行试验。
- 定 量 法** 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺法第 2 法进行试验。加热时间为 1 小时。
- 0.5 N 盐酸 1 ml = 67.09 mg $C_9H_{10}O$

2. 紫 罗 兰 酮

Ionone



α -体



β -体

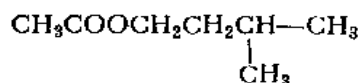
$C_{13}H_{20}O$; 192.30

- 本品为紫罗兰酮的 α 体, β 体或其混合物, 定量时, 紫罗兰酮含量在 90.0% 以上。
- 性 状** 本品为无色~黄色透明液体, 有特异的香气。
- 确认试验** (1) 本品 1 滴加水 1 ml 振荡混合, 加硝普酸钠试液 2 滴后, 再加氢氧化钠溶液 (3→10) 2 滴, 振荡混合时, 液体呈橙红色, 再加醋酸 5 滴时, 液体呈淡紫色。
- (2) 本品 1 滴, 加盐酸 2 ml 振荡混合时, 液体呈黄色。再加水合氯醛溶液 (1→20) 3 滴, 在水浴上加热时, 液体呈红紫色。
- 相对密度** d_{4}^{20} : 0.930~0.948 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.497~1.522。
- 纯度试验** 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解后, 液体澄明。
- 定 量 法** 精确称取本品约 1.3 g, 根据香料试验法 (5) 醛类和酮类含量测定法 (iii) 羟胺第 2 法进行试验。加热时间为 1 小时。
- 0.5 N 盐酸 1 ml = 96.15 mg $C_{13}H_{20}O$

b. 酯 类

1. 醋酸异戊酯

Isoamyl Acetate

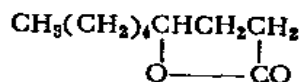


$\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2$: 130.19

- 本品定量时，醋酸异戊酯 ($\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2$) 含量在 95.0% 以上。
- 性 状** 本品为无色透明液体，有特异香气。
- 确认试验** 本品 1 ml，加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml，在水浴上加热时，本品的特异香气消失，而产生异戊醇样的气味。冷后，加水 10 ml 和稀盐酸 0.5 ml，其液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。
- 相对密度** d_{40}^{20} : 0.870~0.880 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.397~1.403。
- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** 溶状 本品 2.0 ml，加稀释乙醇 (d_{40}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解时，液体澄明。
- 蒸馏试验** 90 V/V% 以上 (第 3 法, 130~143°)。
- 定 量 法** 精确称取本品约 0.5 g，按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。
0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 65.09 mg $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2$

2. γ -壬内酯

γ -Nonalactoue (Aldehydec-18)



$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_2$: 156.22

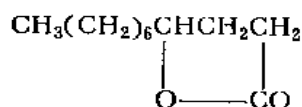
- 本品定量时， γ -壬内酯 ($\text{C}_9\text{H}_{16}\text{O}_2$) 含量在 97.0% 以上。
- 性 状** 本品为无色~淡黄色透明液体，有特异的香气。
- 确认试验** 适用 γ -十一烷酸内酯的确认试验。
- 相对密度** d_{40}^{20} : 0.961~0.970 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.445~1.450。
- 酸 价** 5 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** 溶状 本品 2.0 ml 加稀释乙醇 (d_{40}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解，液体澄明。

定量法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 78.11 mg C₉H₁₆O₂

3. γ-十一烷酸内酯

γ-Undecalactone



C₁₁H₂₀O₂: 184.28

本品定量时, γ-十一烷酸内酯 (C₁₁H₂₀O₂) 含量在 95.0% 以上。

性状 本品为无色~淡黄色透明液体, 具有特殊的香气。

确认试验 在 1 ml 本品中加 7 ml 氢氧化钠溶液, 在水浴上边振荡边加热, 此时几乎溶解而本品的香气没有了。该溶液加稀硫酸让其成酸性, 再用水浴加热振荡时, 分离油分又发生特殊的香气。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.944~0.949 (第 1 法)。

折光率 n_D^{20} : 1.450~1.455。

酸价 15 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 溶状 在 1 ml 本品中加稀乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml 溶解时, 液体澄清透明。

定量法 精确称取本品 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钠-乙醇液 1 ml = 92.14 mg C₁₁H₂₀O₂

4. 香叶醇醋酸酯

Geranyl Acetate

C₁₂H₂₀O₂: 196.29

本品主要含香叶醇醋酸酯, 及其它萜烯醇类的醋酸酯。本品定量时, 香叶醇醋酸酯 (C₁₂H₂₀O₂) 的含量在 88.0% 以上。

性状 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异的香气。

确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热时, 本品的特异香气消失, 而发生香叶醇的香气。冷后, 加稀盐酸 2 ml 和水 12 ml 后的液体, 呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.900~0.917 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.457~1.464。

酸价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.863~0.864) 4.0 ml 溶解时, 液体澄清透明。

定量法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 98.14 mg $C_{12}H_{20}O_2$

5. 芳樟醇醋酸酯

Linalyl Acetate

$C_{12}H_{20}O_2$; 196.29

本品定量时, 芳樟醇醋酸酯 ($C_{12}H_{20}O_2$) 含量在 90.0% 以上。

性状 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异香气。

确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热时, 本品的特异香气消失, 发生芳樟醇的香气。冷后, 加稀盐酸 2 ml 和水 12 ml, 液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.902~0.917 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.448~1.460。

酸价 2 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 7.0 ml 溶解时, 液体澄明。

定量法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。加热时间为 2 小时。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 98.14 mg $C_{12}H_{20}O_2$

6. 香茅醇醋酸酯

Citronellyl Acetate

$C_{12}H_{22}O_2$; 198.30

本品主要成分为香茅醇醋酸酯, 及其它萜烯醇类的醋酸酯。本品定量时, 香茅醇醋酸酯 ($C_{12}H_{22}O_2$) 的含量在 95.0% 以上。

性状 本品为无色透明液体, 有特异的香气。

确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热 10 分钟时, 本品的特异香气消失, 而发生香茅醇的香气。冷后, 加水 2 ml 和稀盐酸 2 ml, 液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.891~0.897 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.442~1.450。

酸价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

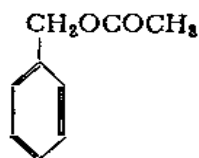
纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 5.0 ml 溶解时, 液体澄明。

定量法 精确称取本品约 1.5 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 99.15 mg $C_{12}H_{22}O_2$

7. 醋酸苄酯

Benzyl Acetate



$C_9H_{10}O_2$; 150.18

本品定量时，醋酸苄酯 ($C_9H_{10}O_2$) 含量在 96.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体，有特异的香气。

确认试验 本品 1 ml，加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml，在水浴上加热 20 分钟时，本品的特异香气消失。冷后，加稀盐酸 1 ml 和水 8 ml，液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.055~1.059 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.501~1.504。

酸 价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 2.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解时，液体澄明。

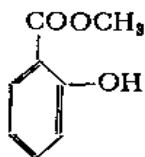
(2) 氯化物 按香料试验法 (1) 卤素试验法进行试验。

定 量 法 精确称量本品约 0.8 g，按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 75.09 mg $C_9H_{10}O_2$

8. 水杨酸甲酯

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$; 152.15

本品定量时，水杨酸甲酯 ($C_8H_8O_3$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色~微黄色透明液体，有特异的香气。

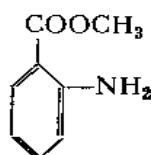
确认试验 本品 5 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 25 ml，装上回流冷却器，在水浴上加热 30 分钟时，本品的特异香气消失。冷后，在此液中加水 75 ml，液体呈水杨酸盐的定性反应 (2) 和 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.180~1.189 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.534~1.538。

- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 5 g) (指示剂: 酚红试液)。
- 纯度试验** 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 8.0 ml 溶解时, 液体澄明。
- 定量法** 精确称取本品约 0.9 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验 (指示剂: 酚红试液)。
- 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 76.07 mg $C_8H_8O_3$

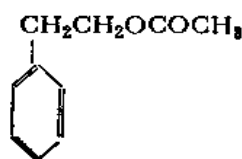
9. 邻氨基苯甲酸甲酯 Methyl Anthranilate



$C_8H_9NO_2$, 151.16

- 性 状** 本品定量时, 邻氨基苯甲酸甲酯 ($C_8H_9NO_2$) 含量应在 98.1% 以上。
- 本品为无色~淡黄色透明的呈蓝紫色荧光的液体或为白色的块状结晶, 有特殊的香气。
- 确认试验** (1) 将 2 滴或 0.1 g 本品溶于 10 ml 稀盐酸溶液 (3→100) 中, 当加将 2 ml 亚硝酸钠试液及 0.1 g β -萘酚溶于 5 ml 氢氧化钠试液而成的溶液 2 ml 时, 该液产生橙红色沉淀。
- (2) 在 1 ml 或 1 g 本品中, 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热 5 分钟, 加水 5 ml。冷却后, 再加稀盐酸 4 ml, 此时产生白色~灰白色的沉淀。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.580~1.585。
- 凝固点** 22~24°。
- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** 溶解性在 1.0 g 本品中, 加稀乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml 溶解, 此时溶液澄清透明。
- 定量法** 精确称取本品约 0.5 g, 按照香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。
- 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 75.58 mg $C_8H_9NO_2$

10. β -苯乙醇醋酸酯 β -Phenylethyl Acetate



$C_{10}H_{12}O_2$; 164.20

本品定量时, β -苯乙醇醋酸酯 ($C_{10}H_{12}O_2$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体, 有特异的香气。

确认试验 (1) 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热 20 分钟时, 本品的特异香气消失, 冷后, 加稀盐酸 1 ml 和水 8 ml, 液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。

(2) 本品 1 ml 加氢氧化钾 0.5 g, 慢慢煮沸时, 有苯乙烯样的气味发生。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.033~1.038 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.496~1.501。

酸 价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

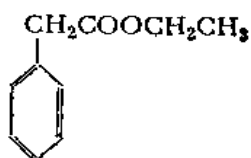
纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.913~0.914) 6.0 ml 溶解时, 液体澄明。

定 量 法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 82.10 mg $C_{10}H_{12}O_2$

11. 苯乙酸乙酯

Ethyl Phenylacetate



$C_{10}H_{12}O_2$; 164.20

本品定量时, 苯乙酸乙酯 ($C_{10}H_{12}O_2$) 含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体, 有特异香气。

确认试验 本品 2 ml, 加氢氧化钠试液 15 ml, 装上回流冷凝器在水浴上加热 1 小时, 本品的特异香气消失。将它蒸馏得初馏液约 4 ml, 弃除后, 其残留液加稀盐酸至呈酸性, 冷却时, 有结晶析出。滤取此结晶, 水洗, 在热水中重结晶, 测定熔点 (第 1 法) 为 74~78°。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.031~1.036 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.496~1.500。

酸 价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 ml, 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml, 溶解后, 液体澄明。

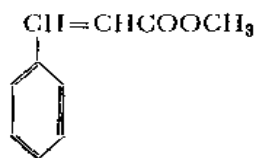
(2) 氯化物 按香料试验法 (1) 卤素试验法进行试验。

定 量 法 精确称量本品约 1.5 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 82.10 mg $C_{10}H_{12}O_2$

12. 肉桂酸甲酯

Methyl Cinnamate



$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_2$; 162.19

本品定量时，肉桂酸甲酯 ($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_2$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为白色固体，有特异的香气。

确认试验

取本品 1 g，以下适用肉桂酸乙酯的确认试验。

凝固点

33.8° 以上。

酸 价

1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验

溶状 本品 1.0 g 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 3.0 ml，在 40° 加温溶解时，液体几乎澄明。

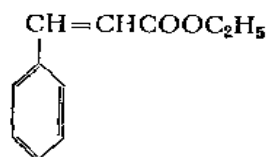
定 量 法

精确称取本品约 0.9 g，按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。在加热前加水 5 ml。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml \approx 81.09 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_2$

13. 肉桂酸乙酯

Ethyl Cinnamate



$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{O}_2$; 176.21

本品定量时，肉桂酸乙酯 ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{O}_2$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为无色~微黄色透明液体，有特异的香气。

确认试验

本品 1 ml，加氢氧化钾-乙醇试液 10 ml，在水浴上加热时，产生白色沉淀。本品的特异的香气即消失。在温时，其中加 10 ml 水时，此沉淀溶解。然后用稀硫酸将此液变为酸性，即产生白色的结晶性沉淀。

相对密度

d_{20}^{20} : 1.049~1.055 (第 1 法)。

折光指数

n_D^{20} : 1.556~1.562。

酸 价

1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验

溶状 本品 1.0 ml，加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 5.0 ml 溶解时，液体澄明。

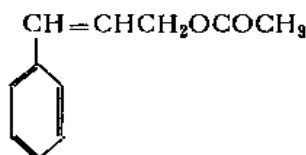
定 量 法

精确称取本品 1 g，按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。在加热前加

水 5 ml。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 88.11 mg $C_{11}H_{12}O_2$

14. 肉桂醇醋酸酯 Cinnamyl Acetate



$C_{11}H_{12}O_2$: 176.21

本品定量时, 肉桂醇醋酸酯 ($C_{11}H_{12}O_2$) 的含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异的香气。

确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 装上回流冷凝器在水浴上加热 30 分钟时, 本品的特异香气消失。冷后, 加稀盐酸 1 ml 和水 5 ml 后的液体, 呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.053~1.057 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.539~1.543。

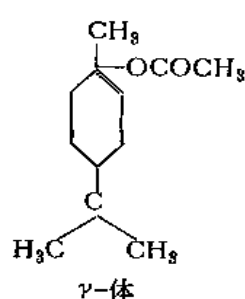
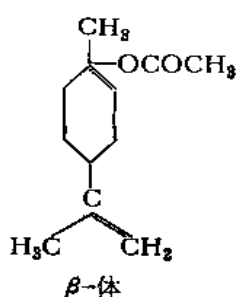
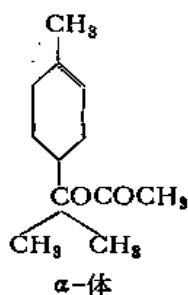
酸 价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 6.0 ml 溶解, 液体澄明。

定 量 法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 88.11 mg $C_{11}H_{12}O_2$

15. 松油醇醋酸酯 Terpinyl Acetate



$C_{12}H_{20}O_2$: 196.29

本品主要含 α -体, 其它还有 β -体和 γ -体。

本品定量时, 松油醇醋酸酯 ($C_{12}H_{20}O_2$) 的含量在 96.0% 以上。

性 状 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异的香气。

确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热时, 本品的特异香气消失, 而发生松油醇的香气。冷后, 加稀盐酸 2 ml 和水 12 ml 后的液体, 呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.956~0.966 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.463~1.467。

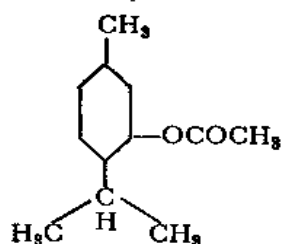
纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 7.0 ml 溶解时, 液体澄明。

定量法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。加热时间为 4 小时。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 98.14 mg $C_{12}H_{20}O_2$

16. 醋酸 *l*-萜酯

l-Menthyl Acetate



$C_{12}H_{22}O_2$: 198.30

本品定量时, 醋酸 *l*-萜酯 ($C_{12}H_{22}O_2$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异香气。

确认试验 本品 1 ml, 加氢氧化钾试液 5 ml, 装上回流冷却器, 在水浴上加热 1 小时, 本品的特异香气消失, 发生薄荷脑样的香气。冷后, 加水 2 ml 和稀盐酸 2 ml, 液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.924~0.928 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.445~1.448。

旋光度 α_D^{20} : -70~-75°。

酸 价 1 以下 (第 1 法, 5 g)。

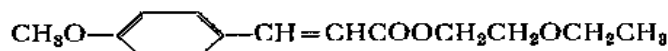
纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 7.0 ml 溶解, 液体澄明。

定量法 精确称量本品约 1.5 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。加热时间为 2 小时。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 99.15 mg $C_{12}H_{22}O_2$

17. 桂醚酯 (4-甲氧基桂酸-2-乙氧基乙酯)

Cinoxate



$C_{14}H_{18}O_4$; 250.29

本品定量时, 桂醚酯 ($C_{14}H_{18}O_4$) 的含量为 95.0~105.0%。

性 状 本品为淡黄色透明粘性液体, 几乎无气味。

确认试验 (1) 本品的乙醇溶液 (1→10) 2~3 滴, 加盐酸羟胺-氢氧化钠试液 4~5 滴, 在水浴上加温数分钟后, 加 0.5 N 盐酸至呈酸性, 加氯化铁溶液 (1→100) 5 滴时, 液体呈红色。

(2) 本品的乙醇溶液 (1→10) 5 ml, 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 装上回流冷凝器, 加热煮沸 10 分钟时, 有白色沉淀生成。

折光指数 n_D^{20} : 1.566~1.569。

相对密度 d_4^{20} : 1.008~1.104 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 酸 本品与润湿的蓝色石蕊试纸接触时, 不变为红色。

(2) 游离酚 本品 1 ml 加水 20 ml, 振荡混合 1 分钟, 静置后, 取水层 5 ml, 加稀氯化铁试液 1 滴时, 液体不呈红紫色。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

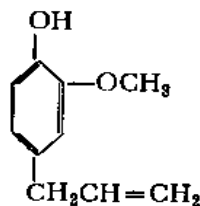
定量法 精确称量本品约 0.06 g, 用乙醇溶解成为 100 ml, 取此液 10 ml, 加乙醇至 100 ml。然后取此液 5 ml, 加乙醇至 50 ml, 测定层长 10 mm, 在波长 310 nm 附近的极大吸收处测消光度 A。

$$\text{桂醚酯}(C_{14}H_{18}O_4)\text{的量(mg)} = \frac{A}{1059} \times 100000$$

E. 其 他

1. 丁 子 香 酚

Eugenol



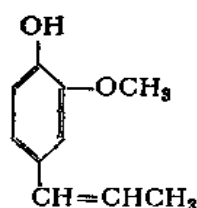
$C_{10}H_{12}O_2$; 164.20

本品定量时, 应含丁子香酚 ($C_{10}H_{12}O_2$) 在 98.0 V/V% 以上。

性 状	本品为无色~黄色透明的液体, 有特殊的香气。
确认试验	(1) 将本品 5 滴溶解于 10 ml 乙醇中, 该液加 3 滴氯化铁试液时, 立即呈蓝绿色。 (2) 在 0.5 g 本品中, 加苦味酸 0.1 g、苯 1 ml 及石油挥发油 9 ml, 在热水中一直加热到苦味酸溶解为止, 此时液体呈黄色。
相对密度	d_{20}^{20} : 1.065~1.074 (第 1 法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.538~1.543。
纯度试验	溶解性 在 2.0 ml 本品中, 加 4.0 ml 稀乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 溶解时, 液体澄清透明。
定 量 法	本品根据香料试验法 (3) 酚类含量测定法进行试验, 将其测定值作为本品的含量。其中的“放置 30 分钟”改为“在水浴上加热 30 分钟后, 放置冷却至室温”。

2. 异丁子香酚

Isoeugenol

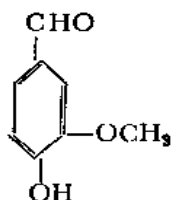


$C_{10}H_{12}O_2$, 164.20

	本品定量时, 异丁子香酚 ($C_{10}H_{12}O_2$) 含量在 98.0 V/V% 以上。
性 状	本品为无色~黄色的透明液体, 有特殊的香气。
确认试验	(1) 在 5 滴本品中加乙醇 10 ml 溶解, 再加 3 滴氯化铁时, 溶液立即出现绿色。 (2) 在 0.5 g 本品中, 加苦味酸 1 g、苯 1 ml 及石油醚 9 ml, 用温水加热到苦味酸结晶溶解, 此时溶液现褐红色。
相对密度	d_{20}^{20} : 1.083~1.090 (第 1 法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.572~1.577。
纯度试验	溶解性 本品 2 ml 加稀乙醇 (d_{15}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解时, 溶液澄清透明。
定 量 法	本品按香料试验法 (3) 酚类含量测定法进行试验, 其测定值为本品的含量。其中“放置 30 分钟”改为“在水浴中加热 30 分钟后, 自然冷却到室温”。

3. 香 兰 素

Vanillin

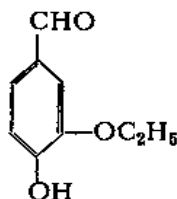


$C_8H_8O_3$: 152.15

- 性 状** 本品为白色~微黄色针状结晶或结晶性粉末，有特异的香气和味。
- 确认试验**
- (1) 本品的饱和水溶液 10 ml，加氯化铁试液 3 滴时，液体呈蓝紫色。然后加热至约 80° 2~3 分钟时，液体变为褐色，随后产生白色~淡褐色沉淀。
 - (2) 本品 1 g 加亚硫酸氢钠试液 5 ml，在温水中边加热边摇荡时溶解。加入 10 ml 稀硫酸后，在 $60\sim 70^{\circ}$ 加温 5 分钟后放冷，有结晶析出。
 - (3) 本品的饱和水溶液 5 ml，加次醋酸铅试液 1 ml 时，产生白色~淡黄色沉淀。滤取此沉淀，加热水时几乎不溶，但加醋酸时溶解。
- 熔 点** $81\sim 83^{\circ}$ (第 1 法)。
- 纯度试验** 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml，在 80° 加热溶解时，液体澄明。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g，硫酸，4 小时)。
- 灼烧残分** 0.05% 以下 (第 2 法，2 g)。

4. 乙基香兰素

Ethyl Vanillin



$C_9H_{10}O_3$: 166.18

- 性 状** 本品为白色~微黄色鳞片状结晶或结晶性粉末，有特殊的香气和气味。
- 确认试验**
- (1) 在 0.1 g 本品中，加稀盐酸 (7→10) 1 ml，在水浴上加热 5 分钟。冷却后，加过氧化氢试液 1 ml，充分振荡 3 分钟，放置到产生沉淀后，加 2 ml 苯振摇，此时苯层呈蓝紫色。
 - (2) 本品 1 g 加亚硫酸氢钠试液 5 ml，在温水中边加热边振摇溶解。此溶液中加入稀硫酸 10 ml，在 $60\sim 70^{\circ}$ 下加热 5 分钟后，放置冷却，此时析出结晶。
 - (3) 在 5 ml 本品饱和水溶液中，加 1 ml 醋酸铅溶液时，产生白色~淡黄色

的沉淀。滤取此沉淀，加热水时几乎不溶解，但加醋酸时即溶解。

熔 点 76~78° (第1法)。

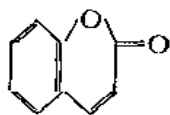
纯度试验 溶解性 在1.0 g本品中加稀乙醇 (d_{4}^{15} : 0.913~0.914) 10 ml 溶解时，溶液澄清透明。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 硫酸, 4小时)。

灼烧残分 0.05% 以下 (第2法, 2 g)。

5. 香 豆 素

Coumarin



$C_9H_6O_2$, 146.15

本品为无色柱状结晶或结晶性粉末，有特异香气。

确认试验 (1) 本品的饱和水溶液 5 ml，加碘试液 1 滴时，产生褐色棉花状沉淀，将此液振荡混合时，沉淀结成暗绿色块状物，分离出透明液体。

(2) 本品 0.5 g 加盐酸 5 ml 液解，加氯化汞 0.5 g，振荡溶解后，加水 5 ml 时，产生白色针状结晶。

熔 点 68.5~70.5 (第1法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.934~0.935) 2.0 ml，加温至 50° 溶解时，液体澄明。

(2) 氯化物 用 (1) 的液体作为试验溶液，根据香料试验法 (1) 卤素试验法进行试验时，适用于此试验。

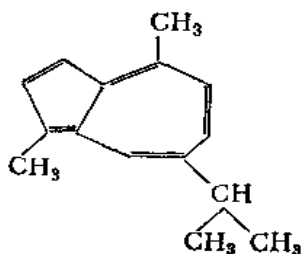
(3) 硫酸呈色物 取本品 1.0 g，进行试验时，液体的颜色，不能比 A 号比色液深。

干燥减量 0.10% 以下 (1 g, 硫酸, 4小时)。

灼烧残分 0.05% 以下 (第2法, 1 g)。

6. 愈 创 萘

Guaiazulene



$C_{15}H_{18}$: 198.39

本品为愈创木 *Guaiacum officinale* Linne 或 *Guaiacum sanctum* Linne (*Zygophyllaceae*) 的精油中分离出来的愈创醇 (Guaiol) 经脱氢制得的产品。

性 状 本品为蓝色固体或液体, 稍有特异气味。

确认试验 (1) 本品 0.2 g 用异丙醇溶解, 配成 100 ml, 取此液 10 ml, 加异丙醇至 100 ml, 作为试验溶液, 试验溶液在波长 604 ± 2 nm 有极大吸收部分。

(2) 取 (1) 的溶液 1 ml, 加异丙醇配成 100 ml。此液在 284 ± 2 nm 处有极大吸收部分。

(3) 取本品 0.5 g 加苦味酸-乙醇溶液 (1→20) 20 ml, 搅拌混合后, 放置时有蓝紫色针状结晶析出。将此结晶用坩埚型玻璃过滤器 (1 G 4) 过滤, 并在乙醇中重结晶 2 次, 置干燥器 (减压, 硅胶) 中干燥 1 小时后, 测定熔点为 $120.5 \sim 122.5^\circ$ 。

熔 点 $30 \sim 31.5^\circ$ (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 取本品 0.10 g 加磷酸 10 ml 溶解时, 溶液淡黄色澄明。

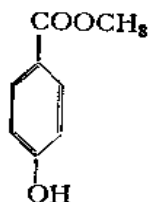
(2) 重金属 取本品 1.0 g, 用灼烧残分试验法 (第 2 法) 灼烧后, 加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml 在水浴上蒸发干涸, 将残留物加稀醋酸 2 ml 和水 30 ml 溶解, 再加水配成 50 ml 作为试验溶液, 用第 4 法试验重金属, 其限量在 20 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.0 ml。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 2 法, 2 g)。

(二) 抗菌防腐剂

1. 对羟基苯甲酸甲酯

Methyl Parahydroxy benzoate



$C_8H_8O_3$: 152.15

本品定量时, 对羟基苯甲酸甲酯 ($C_8H_8O_3$) 的含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为无色结晶或为白色结晶性粉末, 无气味, 或稍有气味。

确认试验 适用对羟基苯甲酸乙酯的确认试验。

熔 点 $125 \sim 128^\circ$ (第 1 法)。

纯度试验 适用对羟基苯甲酸乙酯的纯度试验。

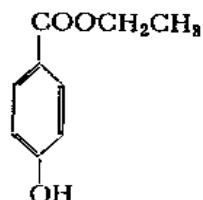
灼烧残分 0.10%以下 (第2法, 1g)。

定量法 适用对羟基苯甲酸乙酯的定量法。

1 N 氢氧化钠液 1 ml = 152.15 mg $C_9H_{10}O_3$

2. 对羟基苯甲酸乙酯

Ethyl Parahydroxybenzoate



$C_9H_{10}O_3$; 166.18

性 状
确认试验

本品定量时, 对羟基苯甲酸乙酯 ($C_9H_{10}O_3$) 的含量在 99.05 以上。

本品为无色结晶或结晶性粉末, 无气味, 或稍有气味。

(1) 本品 10 ml 加水 5 ml 和硝酸汞试液 5 滴, 在水浴上加热 2 分钟后, 急冷, 加稀硫酸 1 滴和亚硝酸钠试液 1 滴, 再在水浴上加热 2 分钟时, 液体呈红色。

(2) 本品 0.5 g 加氢氧化钠试液 10 ml, 装上回流冷凝器, 煮沸 30 分钟后, 蒸发至约 5 ml, 冷后, 加稀硫酸至呈酸性, 将析出的沉淀过滤, 用水洗涤沉淀后, 放入干燥器 (减压, 硅胶) 中干燥 1 小时, 测定熔点 (第 1 法)。其熔点为 213~217°。

熔 点
纯度试验

116~118° (第 1 法)。

(1) 氯化物 本品 1.0 g 加热水 100 ml, 振荡混合, 冷后, 加水至 100 ml 后过滤, 以滤液作为试验溶液, 取试验溶液 20 ml 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml, 以此为氯化物的试验溶液进行试验时, 其限度为 0.036% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.20 ml。

(2) 硫酸盐 取 (1) 的试验溶液 10 ml, 加稀盐酸 3 滴和氯化钡试液 3 滴时, 液体在 10 分钟以内没有变化。

(3) 对羟基苯甲酸和水杨酸 本品 0.5 g 加乙醚 30 ml 溶解, 加碳酸氢钠溶液 (1→100) 20 ml, 振荡混合, 分取其水层。用乙醚洗水层 2 次, 每次用乙醚 20 ml, 然后加稀硫酸 5 ml 和乙醚 30 ml, 振荡混合后放置。分取其乙醚层, 加水 10 ml 洗涤后, 过滤。然后用少量乙醚洗容器, 洗液用前面的过滤器过滤, 将滤液合并, 在水浴上将乙醚蒸发, 在干燥器中干燥至恒重时, 残留物在 5 mg 以下。此外, 残留物加水 5 ml 加温过滤, 滤液加氯化铁试液 3 滴时, 液体不呈紫色。

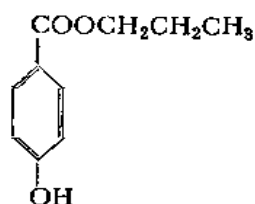
(4) 硫酸呈色物 取本品 0.5 g, 进行试验时, 液体的色度, 不比 D 号比色液深。

灼烧残分 0.10%以下 (第2法, 1g)。

定量法 精确称取本品约2g, 正确量取1N氢氧化钠40ml, 加入后煮沸30分钟, 冷后, 过量的氢氧化钠, 用1N硫酸滴定。这里, 滴定的终点为pH 6.5 (用pH计)。用同样的方法进行空白试验。

1N氢氧化钠液 1ml = 166.18 mg $C_9H_{10}O_3$

3. 对羟基苯甲酸丙酯 Propyl Parahydroxybenzoate



$C_{10}H_{12}O_3$: 180.20

本品定量时, 对羟基苯甲酸丙酯 ($C_{10}H_{12}O_3$) 的含量在99.0%以上。

性状 本品为无色结晶或白色结晶性粉末, 无气味, 或稍有气味。

确认试验 适用对羟基苯甲酸乙酯的确认试验。

熔点 95~98° (第1法)。

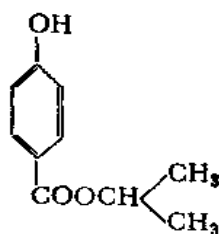
纯度试验 适用对羟基苯甲酸乙酯的确认试验。

灼烧残分 0.10%以下 (第2法, 1g)。

定量法 适用对羟基苯甲酸乙酯的定量法。

1N氢氧化钠液 1ml = 180.20 mg $C_{10}H_{12}O_3$

4. 对羟基苯甲酸异丙酯 Isopropyl Parahydroxybenzoate



$C_{10}H_{12}O_3$: 180.21

本品含有羟基苯甲酸异丙酯 ($C_{10}H_{12}O_3$) 99.0%以上。

性状 本品为无色结晶或白色结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品10mg加水5ml和硝酸汞试液5滴, 在水浴上加热2分钟后, 急冷, 于此加稀硫酸1滴和亚硝酸钠试液1滴, 再在水浴上加热2分钟时, 液体呈红色。

(2) 本品 0.5 g, 加氢氧化钠试液 10 ml, 装好回流冷却器煮沸 30 分钟, 然后蒸发至约 5 ml。冷后, 加稀硫酸变为酸性, 有沉淀析出, 过滤, 用水好好洗涤后, 置于干燥器 (减压, 硅胶) 干燥 1 小时, 测定熔点时 (第 1 法) 为 213~217°。

熔 点 84~86° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 氯化物 本品 1.0 g 加热水 100 ml, 振荡混合, 冷后, 加水配成 100 ml, 过滤, 以滤液为试验溶液。取试验溶液 20 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水配成 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验时, 其限度在 0.036% 以下。比较液取用 0.1 N 盐酸 0.20 ml。

(2) 硫酸盐 (1) 的试验溶液 10 ml, 加稀盐酸 3 滴和氯化钡试液 3 滴时, 液体在 10 分钟以内无变化。

(3) 对羟基苯甲酸和水杨酸 本品 0.5 g, 加乙醚 30 ml 溶解, 加碳酸氢钠溶液 (1→100) 20 ml, 振荡混合, 分取其水层。此水层用乙醚每次 20 ml 洗涤 2 次后, 加稀硫酸 5 ml 和乙醚 30 ml, 振荡混合后放置。分取乙醚层, 加水 10 ml 洗涤后过滤。然后, 以少量的乙醚洗涤容器和滤纸, 将洗液和滤液合并, 在水浴上将乙醚挥散, 置于干燥器中 (硅胶) 干燥至恒重为止。残留物在 5 mg 以下。此外, 在残留物中加水 5 ml, 加温过滤, 滤液中加稀氯化铁试液 3 滴时, 液体不呈紫色。

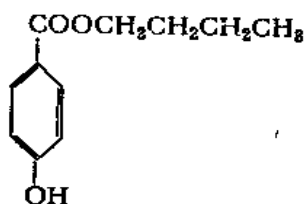
(4) 硫酸呈色物 取本品 0.5 g, 试验进行时, 液体的色, 不比比色液 H 为深。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

定量法 精密称量本品约 2 g, 正确加 1 N 氢氧化钠液 40 ml, 煮沸 30 分钟, 冷后, 用 1 N 硫酸滴定过量的氢氧化钠。滴定的终点为 pH 6.5 (使用 pH 计)。用同样的方法进行空白试验。

1 N 氢氧化钠溶液 1 ml = 180.2 mg C₁₀H₁₂O₃

5. 对羟基苯甲酸丁酯 Butyl Parahydroxybenzoate



C₁₁H₁₄O₃; 194.23

本品定量时, 对羟基苯甲酸丁酯 (C₁₁H₁₄O₃) 含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为无色结晶或白色结晶性粉末, 无气味, 或稍有气味。

确认试验 适用对羟基苯甲酸乙酯的确认试验。

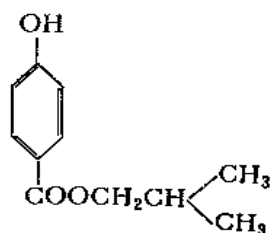
熔 点 69~72° (第1法)。

纯度试验 适用对羟基苯甲酸乙酯的纯度试验。

灼烧残分 0.10%以下 (第2法, 1g)。

1 N 氢氧化钠液 1 ml = 194.23 mg $C_{11}H_{14}O_3$

6. 对羟基苯甲酸异丁酯
Isobutyl Parahydroxybenzoate



$C_{11}H_{14}O_3$, 194.23

本品含羟基苯甲酸异丁酯 ($C_{11}H_{14}O_3$) 99.0% 以上。

性 状 本品为无色结晶或白色结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品 10 mg 加水 5 ml 和硝酸汞试液 5 滴, 在水浴上加热 2 分钟后, 急冷, 于此加稀硫酸 1 滴和亚硝酸钠试液 1 滴, 再在水浴上加热 2 分钟时, 液体呈红色。

(2) 本品 0.5 g, 加氢氧化钠试液 10 ml, 装好回流冷却器煮沸 30 分钟, 然后蒸发至约 5 ml。冷后, 加稀硫酸变为酸性, 有沉淀析出, 过滤, 用水好好洗涤后, 置于干燥器 (减压, 硅胶) 干燥 1 小时, 测定熔点时 (第1法) 为 213~217°。

熔 点 75~77° (第1法)。

纯度试验 (1) 氯化物 本品 1.0 g, 加热水 100 ml 振荡混合, 冷后, 加水配成 100 ml, 过滤, 滤液作为试验溶液。取试验溶液 20 ml 加稀硝酸 6 ml 和水配成 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验时, 其限度为 0.036% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.20 ml。

(2) 硫酸盐 (1) 的试验溶液 10 ml 加稀盐酸 3 滴和氯化钡试液 3 滴时, 液体在 10 分钟以内无变化。

(3) 对羟基苯甲酸和水杨酸 本品 0.5 g, 加乙醚 30 ml 溶解, 加碳酸氢钠溶液 (1→100) 20 ml, 振荡混合, 分取其水层。此水层用乙醚每次 20 ml 洗涤 2 次后, 加稀硫酸 5 ml 和乙醚 30 ml, 摇动混合后放置。分取乙醚层, 加水 10 ml 洗涤后过滤。然后, 以少量的乙醚洗涤容器和滤纸, 将洗液和滤液合并, 在水浴上将乙醚挥散, 置于干燥器中 (硅胶) 干燥至恒重为止。残留物在 5 mg 以下。此外, 在残留物中加水 5 ml, 加温过滤, 滤液加稀氯化铁试液 3 滴时, 液体不呈紫色。

(4) 硫酸呈色物 取本品 0.5 g, 试验进行时, 液体的色, 不比比色液 H 为

深。

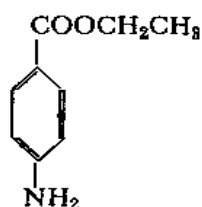
灼烧残分 0.10%以下 (第2法, 1g)。

定量法 精密称量本品约2g, 正确加1N氢氧化钠液40ml, 煮沸30分钟, 冷后, 用1N硫酸滴定过量的氢氧化钠。滴定的终点为pH 6.5 (使用pH计)。用同样方法进行空白试验。

1N氢氧化钠溶液 1ml = 194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$

7. 对氨基苯甲酸乙酯

Ethyl Parahydroxybenzoate



$C_9H_{11}NO_2$; 165.19

本品干燥物定量时, 对氨基苯甲酸乙酯 ($C_9H_{11}NO_2$) 含量在99.0%以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品0.01g加稀盐酸1ml和水4ml溶解, 液体呈芳香族伯胺的定性反应。

(2) 本品0.1g加水5ml, 滴加稀盐酸溶解, 滴加碘试液时, 有褐色沉淀生成。

(3) 本品0.05g加醋酸2滴和硫酸5滴加温时, 有醋酸乙酯样的气味发生。

熔点 89~91° (第1法)。

纯度试验 (1) 酸 本品1.0g加中性乙醇10ml溶解, 加水10ml, 酚酞试液2滴和0.01N氢氧化钠液0.50ml时, 液体呈红色。

(2) 氯化物 本品0.20g加乙醇5ml溶解, 加稀硝酸2~3滴和硝酸银试液2~3滴时, 液体没有立即变化。

(3) 铅 本品2.5g加硝酸20ml, 加热浓缩至约5ml为止。冷后, 加硫酸5ml, 加热至发生白烟为止。然后每次加硝酸2~3ml, 加热至再产生白烟, 待加热至液体变为无色~微黄色为止。冷后, 加饱和草酸铵溶液10ml, 再加热至产生白烟为止。冷后, 加水至50ml, 作为试验溶液, 取20ml试验溶液进行试验时, 其限度为5ppm以下。

(4) 硫酸呈色物 取本品0.5g, 进行试验时, 液体的颜色不比A号比色液深。

干燥减量 1.0%以下 (1g, 硅胶, 3小时)。

灼烧残分 0.10%以下 (第1法, 1g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约0.4g, 加盐酸10ml溶解, 再加水70ml, 冷却并

保持 15° 以下, 用 0.1 mol/L 亚硝酸钠液在搅拌下慢慢滴定。滴定的终点, 为滴加 1 分钟后被滴定液用玻璃棒沾着后, 其先端与碘化锌淀粉纸接触时, 立即呈现蓝色为终点。

0.1 mol/L 亚硝酸钠液 1 ml = 16.519 mg C₉H₁₁NO₂

8. 山 梨 酸

Sorbic Acid



C₆H₈O₂: 112.13

本品定量时, 山梨酸(C₆H₈O₂)含量, 在 98.5% 以上。

性 状 本品为无色针状结晶或白色结晶性粉末, 无气味, 或稍有刺激臭。

确认试验 (1) 本品 0.1 g 加水 10 ml, 摇荡混合, 液体呈酸性。

(2) 本品的丙酮溶液(1→100)1 ml 加水 1 ml 和溴试液 2 滴, 摇荡混合时, 试液的红色消失。

熔 点 133~137° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.2 g 加丙酮 5 ml 溶解时, 液体的颜色, 不比 C 号比色液深。

(2) 氯化物 本品 2.5 g 加水 150 ml, 在水浴上加热溶解, 冷后, 加水至 200 ml, 过滤。取滤液 40 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度在 0.014% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.20 ml。

(3) 硫酸盐 取(2)的滤液 40 ml, 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.048% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.5 ml。

(4) 重金属 本品 1.0 g 加丙酮 40 ml 溶解, 加稀硫酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

灼烧残分 0.20% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法 精确称取本品约 1 g, 加中和乙醇溶解成为 100 ml, 取此液 25 ml, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 11.213 mg C₆H₈O₂

9. 山 梨 酸 钾

Potassium Sorbate



C₆H₇KO₂: 150.22

本品干燥物定量时, 山梨酸钾(C₆H₇KO₂)含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色~淡黄褐色鳞片状结晶性粉末, 无气味, 或有微弱的气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液(1→100)1 ml 加丙酮1 ml, 滴加稀盐酸至弱酸性后, 加溴试液2滴, 振荡混合时, 试液的红色消失。
 (2) 本品的水溶液(1→100)呈钾盐的定性反应。
 (3) 本品0.5 g加水10 ml, 加稀盐酸1.5 ml, 将析出的沉淀过滤, 沉淀用水很好洗涤后, 置于干燥器(减压, 硅胶)干燥1小时, 测定其熔点(第1法)为130~135°。

纯度试验 (1) 溶状 本品0.20 g加水5 ml溶解, 液体的颜色不比K号比色液深。
 (2) 碱 本品1.0 g加新煮沸后的冷却水20 ml溶解, 加酚酞试液2滴时, 液体不呈红色, 或即使呈红色, 便加0.1 N硫酸0.40 ml时, 红色消退。
 (3) 氯化物 本品1.0 g加水30 ml溶解, 边摇动混合边滴加稀硝酸10 ml后过滤, 残留物用水洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水至50 ml, 以此作为试验溶液进行试验时, 其限度为0.018%以下。比较液取用0.1 N盐酸0.5 ml。
 (4) 硫酸盐 本品0.5 g加水30 ml溶解, 边摇动混合边滴加稀盐酸3 ml, 过滤。残留物用水洗涤, 将洗液和滤液合并进行试验时, 其限度在0.038%以下。比较液取用0.01 N硫酸0.40 ml。
 (5) 重金属 本品1.0 g加水30 ml溶解, 边摇动混合边滴盐酸3 ml后过滤。残留物用水洗涤, 将洗液和滤液合并。加酚酞试液1滴, 滴加氨水试液至呈微红色后, 加稀醋酸2 ml和水至50 ml, 以此作为试验溶液, 用第4法进行试验时, 其限度在20 ppm以下。比较液取用铅标准液2.0 ml。
 (6) 砷 本品0.5 g加水10 ml, 溶解以此作为试验溶液, 采用装置C, 按方法进行试验时, 其限度为4 ppm以下。

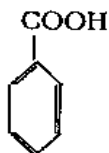
干燥减量 1.0%以下(1.5 g, 硅胶, 4小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约0.3 g, 加非水滴定用冰醋酸50 ml, 用0.1 N过氯酸滴定(指示剂: α -萘酚苯试液10滴), 滴定的终点为液体从褐色变为绿色。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 15.022 mg $C_6H_7KO_2$

10. 苯 甲 酸

Benzoic Acid



$C_7H_6O_2$; 122.12

将本品干燥定量时, 苯甲酸($C_7H_6O_2$)含量应在99.3%以上。

性 状 本品为白色叶状或针状结晶, 没有气味或稍有特异气味。

特性试验 在10 ml本品饱和水溶液中, 加氯化亚铁试液0.5 ml时, 溶液产生红色沉

淀。

熔 点 121~123° (第1法)。

纯度试验 (1) 氯化物 称取 0.5 g 本品及 0.7 g 碳酸钙于坩埚中, 加少量水, 用小火加热蒸干水分后, 小心灼烧。在坩埚中加稀硝酸 20 ml 溶解, 进行过滤。用 15 ml 水洗涤残留物并将洗液合并到滤液中, 加水至 50 ml。在该溶液中加入硝酸银试液 0.5 ml, 振荡混合, 此时溶液的混浊度不大于下面的比较液。

比较液: 在 0.7 g 碳酸钙中加稀硝酸 20 ml 溶解, 进行过滤。用 15 ml 水洗涤残留物并将洗液合并到滤液中。加 0.01 N 盐酸 1.2 ml。加水至 50 ml, 再加硝酸银试液 0.5 ml。

(2) 邻苯二甲酸 在 0.10 g 本品中, 加新升华精制的间苯二酚 30 mg 及硫酸 1 ml 振荡混合, 在 125℃ 下加热 5 分钟。冷却后加水至 5 ml。然后边冷却边滴加氢氧化钠溶液(2→5)让其呈碱性。再加水至 10 ml, 这时溶液不出现绿色荧光。

(3) 重金属 在 1.0 g 本品中, 加 25 ml 丙酮溶解, 再加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml, 以此作试验溶液按第 4 法进行试验。其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准溶液为比较液。

(4) 硫酸显色物 称取本品 0.5 g 进行试验, 溶液的颜色不大于 Q 号比色液的颜色。

(5) 易氧化物 在 1.0 g 本品中, 加水 100 ml, 及硫酸 1.5 ml, 加热溶解。在 70°下加 0.1 N 高锰酸钾液 0.5 ml, 此时溶液的红色应持续 15 秒钟。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 硫酸, 3 小时)。

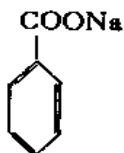
灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称取约 0.3 g, 加中性乙醇 25 ml 溶解, 用 0.1 N 氢氧化钠标准液滴定 (指示剂: 酚酞试液 3 滴)。

0.1 N 氢氧化钠标准液 1 ml = 12.212 mg C₇H₅O₂

11. 苯 甲 酸 钠

Sodium Benzoate



C₇H₅NaO₂; 144.11

将本品干燥定量, 苯甲酸钠 (C₇H₅NaO₂) 含量应在 99.0% 以上。

性 状 本品为白色粒状或结晶性粉末, 没有气味。

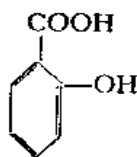
确认试验 (1) 本品加热时溶解, 接着散发出特异的气味。其残留物的水溶液呈碱性。

(2) 本品的水溶液(1→50)呈苯甲酸盐及钠盐的定性反应。

- 纯度试验**
- (1) 溶解性 在 1.0 g 本品中加水 5 ml 溶解, 溶液无色澄清透明。
- (2) 碱 在 2.0 g 本品中, 加热水 20 ml 溶解, 加酚酞指示剂 2 滴, 此时溶液不显红色, 即使显红色, 加 0.20 ml 0.1 N 硫酸时, 其颜色消失。
- (3) 氯化物 称取本品 0.5 g 于坩埚中, 加稀硝酸 2.5 ml 充分混合, 在 100° 下干燥后, 加碳酸钙 0.8 g 及少量水, 用小火慢慢加热。将水分蒸发后, 小心灼烧。然后加稀硝酸 22.5 ml 溶解, 进行过滤。下面允许用苯甲酸的纯度试验(1)中“将残留物用 15 ml 水洗涤”以下部分操作程序。
- (4) 重金属 在本品 2.0 g 中加水 45 ml 溶解, 边充分混合边慢慢加稀盐酸 5 ml 并过滤, 弃去开始的 5 ml 滤液, 截取 25 ml 滤液用氨水调到中性后, 加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml, 以此作为试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。以 2.0 ml 铅标准液为比较液。
- 干燥减量** 1.0% 以下 (1 g, 110°, 4 小时)。
- 定量法** 将本品干燥, 精确称取约 0.3 g, 加 25 ml 水溶解, 再加 50 ml 乙醚。用 0.1 N 盐酸进行滴定 (指示剂: 甲基橙试液 2 滴)。滴定时要边滴定边将水层和乙醚层充分振荡混匀, 以水层持续呈红色为其终点。
- 0.1 N 盐酸 1 ml = 14.411 mg $C_7H_5NaO_2$

12. 水 杨 酸

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$; 138.12

本品定量时, 水杨酸 ($C_7H_6O_3$) 含量在 99.5% 以上。

性 状 本品为白色针状结晶, 或为轻质结晶性粉末, 无气味, 味有刺激性, 稍有酸味。

确认试验 本品水溶液 (1→500), 呈水杨酸盐的定性反应。

熔 点 158~161° (第 1 法)。

纯度试验

(1) 氯化物 本品 3.0 g 加水 100 ml, 加热溶解, 冷后, 加水至 100 ml 后过滤, 取滤液 30 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml 作为试验溶液。进行试验时, 其限度为 0.014%。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.35 ml。

(2) 硫酸盐 取(1)的滤液 30 ml, 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液。进行试验时, 其限度为 0.019%。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.35 ml。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加丙酮 25 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 用第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 硫酸呈色物 取本品 0.5 g, 进行试验时, 液体的颜色, 不比 C 号比色液深。

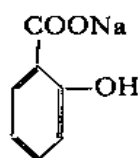
灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 精确称取本品约 0.5 g, 加中和的乙醇 25 ml 使溶解, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 3 滴)。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 13.812 mg $C_7H_5O_3$

13. 水杨酸钠

Sodium Salicylate



$C_7H_5NaO_3$, 160.10

本品干燥物定量时, 水杨酸钠 ($C_7H_5NaO_3$) 含量在 99.5% 以上。

性状 本品为白色结晶或粉末, 无气味, 有甜味和盐味。

确认试验 本品的水溶液 (1→20) 呈水杨酸盐和钠盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状及液性 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时, 液体无色呈中性或稍有酸性。

(2) 氯化物 本品 0.5 g 加水 15 ml 溶解, 加稀硝酸 6 ml 和乙醇至 50 ml, 以此作为试验溶液。试验进行时, 其限度为 0.05% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.70 ml 和乙醇 28 ml。

(3) 硫酸盐 本品 0.25 g 加水 5 ml 溶解, 加氯化钡试液 0.5 ml 时, 液体无变化。

(4) 亚硫酸盐和硫代硫酸盐 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 加盐酸 1 ml 后过滤。在滤液中加 0.1 N 碘液 0.15 ml 时, 液体的颜色为黄色。

(5) 重金属 本品 2.0 g 加水 46 ml 溶解, 边振荡混合边慢慢加入 4 ml 稀盐酸, 过滤, 弃去开始的滤液 5 ml, 取滤液 25 ml, 加氨水试液至呈中性后, 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液。按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

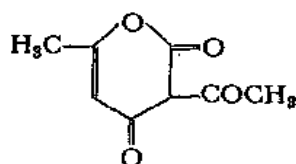
干燥减量 0.5% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.5 g, 放入分液漏斗中, 加水 25 ml 溶解, 加乙醚 75 ml 和溴酚蓝试液 10 滴, 用 0.1 N 盐酸滴定并摇动混合, 滴至水层呈淡绿色为止。将水层移至 200 ml 通用塞烧瓶中, 乙醚层用 5 ml 水洗, 将洗液和烧瓶中水液合并, 加乙醚 20 ml, 振荡混合, 水层再用 0.1 N 盐酸滴定至呈淡绿色。

0.1 N 盐酸 1 ml = 16.010 mg $C_7H_5NaO_3$

14. 脱氢乙酸

Dehydroacetic Acid

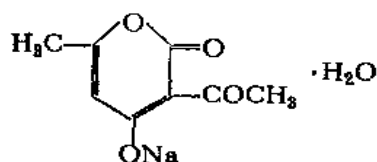


$C_8H_6O_4$, 168.15

- 性状** 本品定量时, 脱氢乙酸 ($C_8H_6O_4$) 含量在 98.5% 以上。
本品为无色~白色针状或板状结晶或为白色结晶性粉末, 无气味, 或稍有气味。
- 确认试验** (1) 本品 0.1 g 加水 1 ml, 水杨醛试液 5 滴和氢氧化钠试液 (1→2) 0.5 ml, 加热时, 液体呈红色。
(2) 本品的乙醇溶液 (1→100) 1 ml, 加水 1 ml, 酒石酸钾钠试液 3 滴和醋酸铜试液 2 滴, 振荡混合时, 产生带白紫色的沉淀。
- 熔点** 109~112° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 0.5 g, 加丙酮 10 ml 溶解时, 液体为无色。
(2) 重金属 适用山梨酸的纯度试验 (4)。
(3) 硫酸呈色物 取本品 0.30 g, 进行试验时, 液体的颜色, 不深于 C 号比色液。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。
- 定量法** 精确称取本品约 0.4 g, 加中性乙醇 30 ml 溶解, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。
0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 16.815 mg $C_8H_6O_4$

15. 脱氢乙酸钠

Sodium Dehydroacetate



$C_8H_7NaO_4 \cdot H_2O$, 208.15

- 性状** 本品定量时, 脱氢乙酸钠 ($C_8H_7NaO_4 \cdot H_2O$) 含量为 98.0~102.0%。
本品为白色结晶性粉末, 无气味, 或稍有气味。
- 确认试验** (1) 适用脱氢乙酸的确认试验 (1)。
(2) 本品的水溶液 (1→100) 2 ml, 加酒石酸甲钠试液 3 滴和醋酸铜试液 2

滴，振荡混合，产生带白紫色的沉淀。

(3) 本品的水溶液 (1→100)，呈钠盐的定性反应。

(4) 取本品 0.5 g，加水 10 ml 溶解，加稀盐酸 1 ml，将析出的沉淀过滤，用水很好洗涤后，放入干燥器（减压，硅胶）中干燥 1 小时，测定熔点（第 1 法）为 109~112°。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解时，液体无色。

(2) 碱 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml 溶解，加酚酞试液 2 滴时，液体不呈红色，或虽呈红色，但加 0.1 N 硫酸 0.30 ml 时，其色消失。

(3) 氯化物 本品 1.0 g 加水 30 ml 溶解，滴加稀硝酸 9 ml，并摇动混合，过滤。残留物用水洗涤，将洗液和滤液合并，加水至 50 ml，以此作为试验溶液，进行试验时，其限度为 0.011% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。

(4) 硫酸盐 本品 1.0 g 加水 30 ml 溶解，振荡并滴加稀盐酸 3 ml 后，过滤，残留物用水洗涤，将洗液和滤液合并，加水至 50 ml，以此作为试验溶液，进行试验时，其限度为 0.015% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.30 ml。

(5) 重金属 适用山梨酸钾的纯度试验 (5)。

(6) 砷 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度在 4 ppm 以下。

(7) 硫酸呈色物 取本品 0.30 g，试验进行时，液体的颜色，不深于 C 号比色液。

干燥减量 8.3~9.5% (2 g, 120°, 5 小时)。

定量法 精确称取本品约 0.4 g，加非水滴定用冰醋酸溶解，用 0.1 N 过氯酸滴定（指示剂，α-萘酚苯试液 10 滴）。滴定的终点，为液体从褐色转变为绿色。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 20.815 mg $C_8H_7NaO_4 \cdot H_2O$

16. 十一烯酸

Undecylenic Acid



$C_{11}H_{20}O_2$: 184.28

本品以在十位上有双键的十一烯酸 ($C_{11}H_{20}O_2$) 为主的产品。

性状 本品为无色~黄色的液体或白色~淡黄色的固体，具有特殊的气味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加高锰酸钾试液 3 滴，试液的红色消失。

(2) 在 3 g 本品中，加新蒸馏的苯胺 3 ml，装好回流冷凝器加热 10 分钟，冷却后，加乙醇及乙醚的等容量混合液 20 ml，移入分液漏斗中，每次用 20 ml 水洗涤 4 次后，在水浴上加热到闻不到乙醚的气味为止。再加 5 mg 活性炭振荡混合，然后过滤。蒸发滤液至干，以苯为溶剂将残留物重结晶。此时测其熔点（第 2 法）为 66~68°。

- 相对密度** d_{4}^{25} : 0.909~0.913 (第1法)。
- 凝固点** 20~24°。
- 酸价** 299~309 (第2法, 0.5 g)。
- 碘价** 131~140。
- 纯度试验**
- (1) **水溶性酸** 在 0.5 g 本品中加温水 5 ml 振荡过滤, 用 2 ml 水洗涤滤纸上的残留物。将洗液合并到滤液中, 加 1 滴甲基橙试液, 再加 0.10 ml 0.1 N 氢氧化钠溶液, 此时溶液的红色不大于比较液。
比较液: 5 ml 水中加甲基橙试液 1 滴。
- (2) **重金属** 称取本品 1.0 g, 用灼烧残分试验法 (第2法) 灼烧后, 加 2 ml 盐酸及 0.5 ml 硝酸并在水浴上蒸发干涸。在残留物中加 2 ml 稀醋酸并加水至 50 ml, 以此作为试验溶液按第4法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。
- (3) **脂肪油及矿物油** 在 1 g 本品中加 0.5 g 无水碳酸钠及 30 ml 水并进行煮沸, 此时液体热时透明, 即使混浊, 但不能大于下面的比较液。
比较液: 在 0.7 ml 0.01 N 盐酸中, 加 6 ml 稀硝酸并加水至 30 ml, 然后加硝酸银试液 1 ml。
- 灼烧残分** 0.15% 以下 (第2法, 3 g)。

17. 十一烯酸锌

Zinc Undecylenate



$\text{C}_{22}\text{H}_{38}\text{O}_4\text{Zn}$; 431.92

本品以十一烯酸 ($\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{O}_2$; 184.28) 的锌盐为主。将本品干燥后定量时, 锌 (Zn ; 65.38) 的含量为 14.0~16.0%。

性状 本品为白色体积大的微细粉末, 有特殊的气味。

确认试验 (1) 本品 3 g 加稀盐酸 (1→2) 20 ml 及 30 ml 乙醚, 剧烈振荡 3 分钟后放置, 分离出的水层呈锌盐的定性反应 (1)。

(2) 取 (1) 的乙醚层, 用稀盐酸 20 ml、10 ml, 再用水 20 ml 依次洗涤后, 在水浴上蒸除乙醚, 其残留物适用十一烯酸的特性试验。

纯度试验 (1) **碱土金属及碱金属** 在 2.0 g 本品中, 加 50 ml 水及 10 ml 盐酸不时振荡混合, 然后煮沸到分离的脂肪酸层变得透明, 趁热过滤。将残留物用 50 ml 热水洗涤, 合并滤液及洗液, 加 30 ml 氨水试液后, 加硫化铵使沉淀完全, 加水至 200 ml, 充分振荡混合, 用干燥滤纸进行过滤, 弃掉开始的 20 ml 滤液, 在之后的 100 ml 滤液中加 0.5 ml 硫酸并蒸发干涸, 然后灼烧到恒重, 此时残留物应在 10 mg 以下。

(2) **重金属** 取本品 1.0 g, 小心加热并慢慢灼烧灰化, 冷却后加 2 ml 盐酸并在水浴上蒸发干涸。在残留物中加 15 ml 水及 2 ml 稀醋酸, 加热 2 分钟,

冷却后过滤，用 15 ml 水洗涤。合并滤液及洗涤液，加氰化钾试液 10 ml 并加水至 50 ml，以此作为试验溶液按第 4 法进行试验，其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液及 10 ml 氰化钾试液为比较液。

(3) 砷 在 1.0 g 本品中，加稀盐酸 (1→2) 5 ml 及乙醚 20 ml，剧烈振荡 3 分钟后，放置。取其水层作为试验溶液，用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 2 ppm 以下。

(4) 游离脂肪酸 在 2.0 g 本品中，加中性乙醇-乙醚试液 50 ml，剧烈振荡混合，用干滤纸过滤，每次用 10 ml 中性乙醇-乙醚试液洗涤容器及滤纸二次。合并滤液及洗液，加酚酞 3 滴，再加 0.1 N 氢氧化钠-乙醇溶液 1.4 ml，此时，溶液为红色。

干燥减量 1.5% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥，精确称取约 0.5 g，加稀硫酸 (1→300) 50 ml，不时振荡混合，然后煮沸到分离的脂肪酸层变得透明，冷却后过滤，用水洗涤到洗液呈中性。合并滤液及洗液，溶液到开始稍微产生混浊，加氢氧化钠试液，再加 pH 为 10.7 的氨-氯化铵缓冲溶液 10 ml 及铬黑 T 试液 0.2 ml，立即用 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准液进行滴定。溶液由紫红色转变为蓝色作为滴定终点。

0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠 1 ml = 3.2690 mg Zn

18. 十一烯酸乙醇酰胺

Undecylenic Acid Monoethanolamide

$C_{13}H_{25}NO_2$; 227.35

本品主要为将十一烯酸与等当量的乙醇胺缩合而得到的烷醇酰胺。

性状 本品为淡黄色的薄片状物质，具有特殊的气味。

确认试验 (1) 在 0.2 g 本品中加 5 ml 稀盐酸，在水浴上加热 30 分钟后，放置冷却，此时析出油滴，这种油滴在 22° 以上不固化。

(2) 在 0.2 g 本品中加盐酸 3 滴，在水浴上加热 10 分钟，加 5 ml 水，再在水浴上加热 5 分钟，冷却后加 3 ml 乙醚轻轻振摇。在滤纸上滴加茚满三酮试液 2 滴并在 100~105° 下干燥，在滴液的地方附加乙醚层液体 2 滴，再用相同的温度干燥 5~10 分钟，此时产生紫红色的斑点。

熔点 60~65° (第 1 法)。

沸点 105~114。

pH 本品 1.0 g 加 10 ml 乙醇溶解，再加新煮沸冷却后的去离子水至 100 ml，溶液的 pH 值为 8.5~10.0。

纯度试验 (1) 溶性 本品 1.0 g 加乙醇 5 ml 溶解时，液体为淡黄色透明状。

(2) 游离胺价 精确称取本品约 2.0 g，加中性乙醇 30 ml 溶解。用 0.1 N 盐酸进行滴定 (指示剂：溴酚蓝试液 1 ml)。溶液的颜色变成绿色为滴定终点。

用同样的方法做空白试验校正。

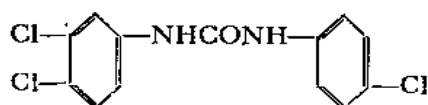
$$\text{游离胺价} = \frac{0.1 \text{ N 盐酸的耗量 (ml)}}{\text{样品量 (g)}} \times 5.611$$

游离胺价 在 20 以下。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 2 法, 2 g)。

19. 三氯二苯脲

Trichlorocarbanilide



$\text{C}_{13}\text{H}_9\text{Cl}_3\text{N}_2\text{O}$ 315.59

本品干燥物定量时, 三氯二苯脲 ($\text{C}_{13}\text{H}_9\text{Cl}_3\text{N}_2\text{O}$) 含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为白色微细的粉末, 无气味。

确认试验 (1) 用铜线沾上本品后, 在无色的火焰中加热时, 呈绿色的焰色反应。

(2) 本品 0.1 g 加稀盐酸 5 ml, 装好冷凝器约煮沸 1 小时, 过滤, 滤液冰冷至 5° 以下, 滴加亚硝酸钠试液 1 ml, 振荡混合, 放置约 2 分钟, 取上液 2 ml, 加氨基磺酸铵溶液 (1→40) 3 ml, 振荡混合约 1 分钟后, 加草酸 *N* (1-萘基) *N'*-二乙基乙二胺溶液 (1→1000) 1 ml 后摇混, 液体呈红紫色。

(3) 本品 0.01 g 加乙醇溶解成为 100 ml, 取此液 2 ml, 加乙醇至 100 ml。此液在 265±2 nm 有极大吸收部。

熔 点 245~254° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.10 g 加异丙醇 10 ml, 在水浴上加热溶解时, 液体澄明。

(2) 氯化物 本品 0.50 g 加水 40 ml, 振荡混合 5 分钟后过滤。取滤液 30 ml 加稀硝酸 6 ml 和水成为 50 ml。以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.028% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.3 ml。

干燥减量 0.10% 以下 (5 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 5 g)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称取约 0.1 g, 用乙醇溶解, 成为 100 ml。取此液 5 ml 加乙醇至 100 ml, 再取其 5 ml, 加乙醇至 100 ml。测定层长 10 mm, 在 265 nm 附近的吸收极大波长处测消光度 *A*。

$$\text{三氯二苯脲 (C}_{13}\text{H}_9\text{Cl}_3\text{N}_2\text{O) 的量 (mg)} = \frac{A}{1540} \times 400\,000$$

20. 卤二苯脲 (3-三氟甲基-4,4'-二氯二苯脲)

Halocarban



$C_{14}H_9Cl_2F_3N_2O$; 349.14

本品干燥物定量时, 卤二苯脲 ($C_{14}H_9Cl_2F_3N_2O$) 含量为 98.0~104.0%。

性 状

本品为白色粉末, 几乎无气味。

确认试验

(1) 取本品约 0.05 g 置于小试管中, 加金属钠 1 小片, 溶解后冷却, 冷后加水 5 ml, 煮沸后过滤。取滤液 2 ml, 加稀硝酸至呈酸性, 滴加硝酸银试液 2 滴, 液体呈白浊色。

(2) 取 (1) 的滤液 0.5 ml, 加稀盐酸至呈弱酸性, 液体呈氟化物的定性反应。

(3) 本品的乙醇溶液 (0.5→100) 1 滴, 加亚硝酸钠试液 1 滴, 和稀释盐酸 (1→2) 1 滴, 放置 1 分钟后, 加氢氧化钠溶液 (1→5) 1 滴和尿素约 20 mg, 振荡混合后, 再加 α -萘酚-乙醇溶液 (0.1→100) 1 滴, 加热时, 液体呈红色。

熔 点

216~219° (第 1 法)。

纯度试验

(1) 有机不纯物 本品的乙醇溶液 (0.1→100) 5 μ l 在薄层板上作斑点, 用石油醚和冰醋酸的混合液 (88:12) 作为展开溶剂, 进行薄层色谱法试验。薄层板用波长约 366 nm 的紫外线照射时, 可见到单一的暗紫色斑点。

(2) 砷 本品 2.0 g 加硫酸 2 ml 和硝酸 30 ml, 加热至白烟发生为止, 再加尿素溶液 (1→10) 15 ml, 再加热至发生白烟为止。冷后, 加水到 25 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 5 ml, 用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 5 ppm 以下。

(3) 铅 取 (2) 的试验溶液 10 ml, 进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。

干燥减量

0.5% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分

0.20% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定 量 法

将本品干燥, 精确称取约 15 mg, 用甲醇溶解成为 100 ml。取此液 10 ml, 加甲醇至 50 ml。再取此液 5 ml 加甲醇至 50 ml, 测定层长 10 mm, 在波长 266 nm 附近的极大吸收波长处测消光度 A。

$$\text{卤二苯脲 } (C_{14}H_9Cl_2F_3N_2O) \text{ 的量 (mg)} = \frac{A}{1378} \times 50000$$

21. 葡萄糖酸氯己定溶液

Chlorhexidine Gluconate Solution

本品为 1, 6-二 (4-氯苯基) 二胍己烷的葡萄糖酸盐的水溶液。本品定量时,

	二葡萄糖酸氯己啶 ($C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2 C_6H_{12}O_7$; 897.77) 的含量为 19~23%。
性 状	本品为无色~淡黄色的粘性液体, 几乎没有气味。
确认试验	<p>(1) 本品 1 g 加水 20 ml 形成的溶液, 加硫酸铜试液 0.5 ml 时, 生成白色沉淀, 平稳地煮沸时, 液体呈淡紫色。</p> <p>(2) 本品 1 g 加水 40 ml 形成的液体, 用冰冷却, 搅拌并加氢氧化钠试液至沉淀不再析出。静置后, 倾除上部清液, 再水洗至不呈碱性为止。沉淀物用稀释乙醇 (70→100) 作溶媒重结晶, 在 105°干燥 30 分钟后, 测定其熔点 (第 1 法) 为 132~134°。</p>
相对密度	d_{40}^{20} : 1.06~1.07 (第 1 法)。
pH	本品 1.0 g 加新煮沸后冷却水至 100 ml, 液体的 pH 为 5.0~7.0。
纯度试验	<p>氯苯胺 本品 0.20 g 加水至 4 ml 后的液体, 加稀盐酸 1 ml 后振荡混合, 冰冷至 5°以下。此液体按照芳香族伯胺的定性反应进行试验时, 液体的色度, 不深于如下的比较液。</p> <p>比较液: 在对氯苯胺溶液 (1→100000) 2.0 ml 中, 加水 2 ml 和稀盐酸 1 ml, 配成的溶液, 进行同样试验。</p>
灼烧残分	0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。
定量法	<p>正确量取本品约 2 ml, 在水浴上蒸发至干涸, 残留物加非水滴定用冰醋酸 60 ml, 使溶解, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (电位差法)。用同样的方法进行空白试验以作修正。</p> <p>0.1 N 过氯酸 1 ml = 22.444 mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2 C_6H_{12}O_7$</p>

22. 对 氯 苯 酚

Parachloro Phenol



C_6H_5ClO ; 128.56

	本品定量时, 对氯苯酚 (C_6H_5ClO) 含量在 99.0% 以上。
性 状	本品为无色~微红色结晶或结晶性块状物, 有特异的气味。
确认试验	<p>(1) 本品的水溶液 (1→100) 10 ml 滴加溴试液时, 有白色沉淀生成。摇动时, 开始能溶解, 但追加更多量试液时, 沉淀变为不溶。</p> <p>(2) 本品的水溶液 (1→100) 10 ml, 加氯化铁试液 1 滴时, 液体呈蓝紫色。</p> <p>(3) 将本品的粉末, 沾于铜丝上, 进行焰色试验时, 火焰呈绿色。</p>
纯度试验	(1) 溶状 本品 1.0 g 加水 100 ml 溶解, 液体澄明。

(2) 氯化物 取本品 0.50 g, 进行试验时, 其限度在 0.021% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。

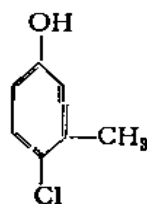
(3) 蒸发残留物 精确称取本品约 2 g, 在水浴上蒸发, 残留物在 105°干燥 1 小时, 其限度为 2 mg 以下。

定量法 精确称取本品约 0.2 g, 加水溶解成为 100 ml。取此液 25 ml 置于碘瓶中, 准确加入 0.1 N 溴液 25 ml 和盐酸 5 ml, 立即密塞并屡屡摇荡混合 30 分钟, 放置 15 分钟。然后加碘化钾试液 7 ml, 立即密塞并摇荡混合, 用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 溴液 1 ml = 3.2139 mg C_6H_5ClO

23. 氯 甲 酚

Chlorocresol



C_7H_7ClO ; 142.58

性 状

本品定量时, 对氯间甲酚 (C_7H_7ClO) 含量在 98.0% 以上。

确认试验

本品为无色~白色结晶或结晶性粉末, 有特异气味。

(1) 本品的饱和水溶液加氯化铁试液 1 滴, 摇荡混合时, 液体呈淡蓝紫色。

(2) 适用氯二甲基苯酚的确认试验 (2)。

熔 点

64~66° (第 1 法)。

纯度试验

不挥发性残留物 本品 2.0 g 在水浴上加热挥发, 残留物在 105°干燥 2 小时后, 其限度为 0.1% 以下。

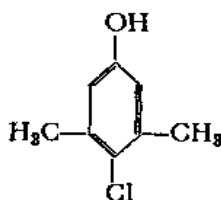
定量法

精确称取本品约 0.5 g, 加氢氧化钠试液 10 ml 溶解, 加水至 100 ml。取此液 10 ml 置于碘瓶中, 准确加入 0.1 N 溴液 20 ml, 然后加溴化钾溶液 (1→4) 20 ml, 迅速加入冰醋酸 10 ml 和盐酸 6 ml 的混合液, 立即密塞, 屡屡摇荡混合并放置 20 分钟, 小心加入碘化钾试液 6 ml, 再加氯仿 5 ml, 摇荡混合放置 5 分钟后, 游离的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 3 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 溴液 1 ml = 3.5646 mg C_7H_7ClO

24. 氯二甲基苯酚

Chloroxyleneol



C_8H_9ClO ; 156.61

本品干燥物定量时, 对氯间二甲酚 (C_8H_9ClO) 含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为白色~微黄色结晶或粉末, 有特异气味。

确认试验 (1) 本品的乙醇溶液 (0.5→20) 2 ml 加碳酸氢钠溶液 (1→100) 3 滴, 4-氨基安替比林溶液 (1→100) 1 滴和铁氰化钾溶液 (1→20) 1 滴, 振荡混合时, 液体在 3~5 分钟内, 出现红紫色~紫色。

(2) 本品 0.05 g 加无水碳酸钠 0.5 g, 加热溶解。冷后, 残留物中加水 5 ml 煮沸, 加硝酸至酸性后过滤。滤液加硝酸银试液 2 滴时, 有白色沉淀生成。

熔 点 114~116° (第 1 法)。

纯度试验 酚性不溶物 将本品的乙醇溶液 (0.1→100) 5 μ l 在薄层板上作点滴, 展开溶剂为 (83:12:5) 的石油醚、冰醋酸和苯的混合液, 进行薄层色谱法的试验。用氯化铁溶液 (1→100) 和铁氰化钾溶液 (1→100) 的等容量混合液对薄层板喷雾时, 见到的是单一的蓝色斑点。

干燥减量 0.10% 以下 (5 g, 硅胶, 4 小时)。

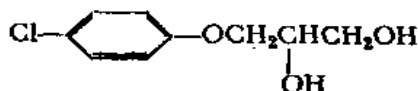
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 5 g)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称量约 0.1 g, 用乙醇溶解配成 100 ml。取此液 5 ml 加乙醇至 100 ml, 测定层长 10 mm, 在波长 282 nm 附近的最大吸收处测消光度 A。

$$\text{氯二甲基苯酚}(C_8H_9ClO)\text{的量(mg)} = \frac{A}{104} \times 20000$$

25. 甘油基对氯苯醚[3-(4-氯苯氧基)丙烷-1, 2-二醇]

Chlorphenesin



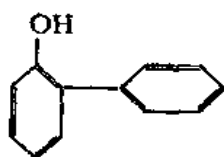
$C_9H_{11}ClO_3$; 202.64

本品干燥物定量时, 甘油基对氯苯醚 ($C_9H_{11}ClO_3$) 的含量在 99.0% 以上。

- 性 状** 本品为白色~黄白色结晶，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 本品 1 g 加碳酸二乙酯 2 ml 溶解，加钠-无水乙醇溶液 (1→20) 3 滴，在水浴上加热，成为胶状，再在减压下将溶媒馏去。残留物用无水乙醇 10 ml 重结晶，将结晶用玻璃过滤器 (1 G 3) 滤取后风干，置干燥器 (减压，五氧化二磷) 中干燥 24 小时后，测定熔点为 94~96°。
- (2) 本品 0.5 g 加氢氧化钠试液 1 ml，摇荡混合，小心用小火加热蒸发干涸。然后加水 4 ml，加热溶解。冷后，在冷却下慢慢加硝酸 2 ml，液体呈氯化物的定性反应 (2)。
- (3) 本品的水溶液 (1→10000) 在波长 280 ± 2 nm 有极大吸收部。
- 熔 点** 78~81° (第 1 法)。
- 纯度试验** 对氯苯酚 本品 0.025 g 加水 5.5 ml 溶解，加六偏磷酸钠溶液 (1→25) 3 ml，钼钨酸钠锂试液 1.5 ml 及无水碳酸钠 0.4 g，在水浴上加热 5 分钟。冷后，得到的液体颜色不比下面的比较液深。
- 比较液：取对氯苯酚溶液 (1→400 000) 5.5 ml，进行同样的操作。
- 干燥减量** 1.0% 以下 (1 g，减压，五氧化二磷，24 小时)。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 2 法，1 g)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称量约 1.3 g，准确加入醋酐-吡啶试液 10 ml，装上回流冷凝器在水浴上加热 2 小时。冷后，加水 40 ml，摇动混合后，用 1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂：酚酞试液 1 ml)。
- 1 N 氢氧化钠液 1 ml = 101.32 mg $C_6H_{11}ClO_2$

26. 邻苯基苯酚

Orthophenylphenol



$C_{12}H_{10}O$, 170.21

本品定量时，邻苯基苯酚 ($C_{12}H_{10}O$) 的含量为 96.0~104.0%。

- 性 状** 本品为白色~淡黄褐色结晶，有特殊的气味。
- 确认试验** (1) 在 5 ml 本品的甲醇溶液 (0.5→20) 中加氯化铁试液 2 滴，此时溶液呈暗褐色。
- (2) 取本品 0.05 g 于小试管中，加稀乳酸 (0.1→100) 2 滴及硫酸 1 ml 摇匀后，在 85° 水浴上加热 2 分钟时，溶液发蓝色的荧光。
- (3) 本品的乙醇溶液 (0.1→5000) 在波长 247 ± 2 nm 及 288 ± 2 nm 处有最大吸收峰。
- 熔 点** 56~65° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 有机不纯物 在 20 mg 本品中加乙醇 20 ml 溶解, 取该液 2 μ l 在薄层板上点滴, 以苯作展开剂按薄层色谱法进行试验, 然后将薄板在碘蒸气中放置 2 分钟, 此时只看到单一的斑点。

(2) 砷 在 20 mg 本品中加硫酸 2 ml 及硝酸 20 ml, 加热到产生白烟后, 加尿素溶液 (1 \rightarrow 10) 15 ml, 再加热到产生白烟。冷却后, 加水至 25 ml 作为试验溶液。取试验溶液 5 ml 进行试验, 其允许范围在 5 ppm 以下。

(3) 铅 取 10 ml (2) 的试验溶液进行试验, 其允许范围在 10 ppm 以下。

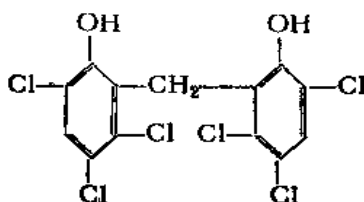
灼烧残分 0.2% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 精确称取本品约 0.01 g, 溶解于乙醇并加乙醇至 100 ml, 取该溶液 5 ml 加乙醇至 50 ml, 在层长 10 mm, 波长 247 nm 附近最大吸收处测定其消光度 A_{λ} 。

$$\text{邻苯基苯酚 (C}_{12}\text{H}_{10}\text{O) 的量 (mg)} = \frac{A}{667} \times 10000$$

27. 六 氯 酚

Hexachlorophene



$\text{C}_{12}\text{H}_6\text{Cl}_6\text{O}_2$: 406.91

本品干燥物定量时, 六氯酚 ($\text{C}_{12}\text{H}_6\text{Cl}_6\text{O}_2$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色~淡黄褐色结晶性粉末, 无气味, 或稍有苯酚样的气味。

确认试验 (1) 本品 0.1 g 平静地加热时, 开始时变为无色~褐黄色的液体, 继续加热时, 液体的颜色变为红褐色, 然后变为紫色。

(2) 本品 5 mg, 加热乙醇 5 ml 溶解, 滴加氯化铁试液 1 滴时, 液体呈紫色。

(3) 本品 0.1 g 加丙酮 0.5 ml 溶解, 加三氯化钛溶液 (1 \rightarrow 20) 5 ml。振荡混合时, 有黄铜色油滴生成, 此油滴溶于苯、氯仿或乙醚。

(4) 本品 10 mg, 加无水乙醇 5 ml 溶解, 加金属钠 0.1 g 金属钠溶解时, 加水 2 ml 和稀硝酸 4 ml, 振荡混合后, 在其中加硝酸银试液 2 滴时, 液体变为白浊。

熔 点 160~167° (第 1 法)。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

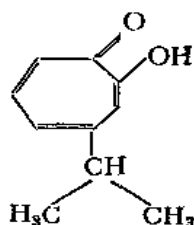
灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 1 g, 加乙醇 25 ml 溶解, 用 0.1 N 氢氧化钠进行电位差滴定。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 40.69 mg C₁₃H₆Cl₅O₂

28. 丝 柏 酚

Hinokitiol



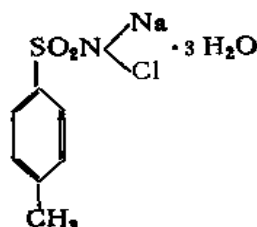
C₁₀H₁₂O₂; 164.20

- 本品干燥物定量时，丝柏酚 (C₁₀H₁₂O₂) 含量为 98.0~105.0%。
- 性 状** 本品为白色~黄色结晶、结晶性粉末或块状物，有特异的气味。
- 确认试验** 本品 0.1 g 加乙醇 10 ml 溶解，加氯化铁试液 1 滴时，液体呈暗红色。
- 熔 点** 48~52° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加乙醇 5 ml 溶解时，液体澄明。
(2) 重金属 取本品 1.0 g，按灼烧残渣分试验法 (第 2 法) 灼烧后，加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物加稀醋酸 2 ml 和水 30 ml 溶解，再加水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
(3) 砷 本品 1.0 g 加硝酸 10 ml，稍稍加热。冷后，加硫酸 5 ml，加热至无褐色烟产生为止。若液体还不是无色~微黄色，冷后，屡屡加硝酸 2~3 ml，继续加热，直至液体呈无色~微黄色为止。冷后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热至白烟产生为止。冷后，加水至 20 ml，作为试液，采用装置 C，按方法进行试验，其限度为 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g，减压、五氧化二磷，4 小时)。
- 灼烧残渣** 0.05% 以下 (第 2 法，2 g)。
- 定 量 法** 将本品干燥，精确称取约 0.03 g，加己烷溶解至成 100 ml。取此液 10 ml，加己烷至 100 ml。然后取此液 20 ml，置于分液漏斗中，加氯仿 20 ml 和醋酸铁试液 10 ml，强烈振荡混合 5 分钟后放置，分取己烷-氯仿层。水层加氯仿 8 ml 萃取 5 分钟后，分取氯仿层并和前面的己烷-氯仿液合并，加氯仿至 50 ml，以己烷和氯仿的 (2:3) 混合液作为对照液，与此液对照。测定层长 10 mm，在波长 425 nm 处测消光度 A。

$$\text{丝柏酚 (C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{) 的量 (mg)} = \frac{A}{58} \times 5000$$

29. 氯胺-T(甲苯磺酰胺钠)

Chloramine T



$C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$; 281.69

本品定量时,氯胺-T ($C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$) 含量为 96.0~102.0%。

性 状 本品为白色结晶性粉末, 稍带氯的刺激臭。

确认试验 (1) 本品 1 g 加氢氧化钠试液 20 ml 溶解, 加 1 g 抗坏血酸, 屡屡摇动并放置 5 分钟后, 加稀硫酸 3 ml, 滤取生成的沉淀, 用水洗涤后, 在溶媒乙醚中重结晶, 测其熔点 (第 1 法) 为 135~139°。

(2) 硫酸呈色物 取本品 0.20 g, 进行试验时, 液体的颜色, 不比 A 号比色液深。

定 量 法 精确称取本品约 0.5 g, 放入碘瓶中, 加水 50 ml 使溶解, 加碘化钾试液 5 ml 和盐酸 1 ml, 放置 10 分钟, 将游离碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样的方法进行空白试验以作修正。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 14.084 mg $C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$

30. 硼 砂

Sodium Borate

$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$; 381.37

本品定量时, 硼砂 ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) 含量为 98.5~110.0%。

性 状 本品为无色结晶或为白色结晶性粉末, 无气味。

确认试验 本品的水溶液 (1→20), 呈钠盐和硼酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状和液性 本品 1.0 g 加水 20 ml, 稍加温即溶解, 液体几乎无色透明。在此液中加入酚酞 2 滴时, 液体呈红色。

(2) 碳酸盐和碳酸氢盐 本品粉末 1.0 g 加新煮沸冷却水 20 ml 溶解, 加稀盐酸 3 ml 时, 不产生气泡。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 和 1 N 盐酸 5 ml, 稍加温使溶解, 加酚酞试液 1 滴, 加氨水试液至液体呈微红色达到中性后, 滴加稀醋酸至呈微酸性。冷后, 再加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 本品 0.2 g 加水 5 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。

定量法 精确称量本品约 2 g, 加水 50 ml 溶解, 用 0.5 N 盐酸滴定 (指示剂: 甲基红试液 3 滴)。

0.5 N 盐酸 1 ml = 95.34 mg $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$

31. 噻 恩 素

Thianthol

本品由二甲基噻恩 (夹) 二硫蒽和双甲苯二硫化物组成。本品定量时, 硫 (S: 32.06) 含量为 23.5~26.5%。

性 状 本品为带黄色的粘性液体, 有特异气味。

确认试验 本品 0.1 g 小心加入硫酸 5 ml 时, 液体呈蓝紫色, 再滴加硝酸 5~6 滴时, 有气体发生, 变为黄红色。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.19~1.23 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 液性 本品 10 g 加水 20 ml, 振荡混合后, 分取的水层呈中性。
(2) 硫酸盐 取 (1) 的水层 10 ml, 加氯化钡试液 2~3 滴时, 液体不混浊。

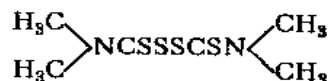
灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

定量法 精确称取本品约 0.01 g, 加稀释的氢氧化钠试液 (1→10) 5 ml 和过氧化氢试液 1.0 ml 的混合液作为吸收液, 按照氧烧瓶燃烧法 (第 4 法) 进行试验。

0.01 N 过氯酸钡液 1 ml = 0.16030 mgS

32. 秋兰姆 (四甲基秋兰姆二硫化物)

Thiram



$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$, 240.41

本品干燥物定量时, 秋兰姆 ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色粉末, 几乎没有气味。

确认试验 (1) 本品灼烧时, 发生特异的气味。
(2) 本品 0.1 g 加苯 10 ml 溶解, 加锌粉 1 g 和稀释盐酸 (1→2) 2 ml, 放置 5 分钟后过滤, 在滤液中滴加 3 滴油酸钴试液时, 液体呈淡黄绿色。

熔 点 149~155° (第 1 法)。

干燥减量 0.3 以下 (1 g, 70°, 2 小时)。

灼烧残分 0.3% 以下 (第 2 法, 3 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 5 mg, 加稀释的浓过氧化氢水 (1→40) 10 ml 作

为吸收液，按照氧烧瓶燃烧法的操作，用第4法进行试验。

0.01 N 过氯酸钡液 $1\text{ ml} = 0.30052\text{ mgC}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$

(三) 营养性添加剂

A. 氨基酸类

1. 甘氨酸

Glycine

$\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$

$\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$: 75.07

本品干燥后定量时，甘氨酸 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为白色结晶或结晶性粉末，没有气味，有甜味。

确认试验

(1) 本品的水溶液 (1→10) 5 ml，加稀盐酸 5 滴和亚硝酸钠试液 1 ml 时，有无色气体发生。

(2) 在 (1) 的反应完毕后，取液 5 滴，在水浴上慢慢蒸发干涸，冷却后，加铬变酸 (Chromotropic acid) 试液 5~6 滴，在水浴上加热 10 分钟时，液体呈深紫色。

(3) 本品 0.1 g 加氯甲酸乙酯 0.5 ml，强烈混合，滴加吡啶时，液体经过暗绿色转变为呈红色，加入过量氯甲酸乙酯时，液体变为暗绿色。

pH

本品 2.0 g 加新煮沸后冷却的水 20 ml，溶解后液体的 pH 为 5.5~7.0。

纯度试验

(1) 溶状 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (1)。

(2) 氯化物 取本品 0.5 g，进行试验时，其限度在 0.04% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.60 ml。

(3) 重金属 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (3)。

(4) 砷 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (4)。

干燥减量 0.3% 以下 (1 g, 105° , 3 小时)。

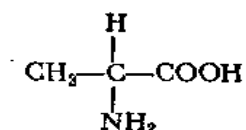
灼烧残分 0.20% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 适用 DL-丙氨酸的定量法。

0.1 N 过氯酸 $1\text{ ml} = 7.507\text{ mgC}_2\text{H}_5\text{NO}_2$

2. L-丙氨酸

L-Alanine



$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$; 89.09

本品干燥物定量时, L-丙氨酸 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$) 含量, 在 98.5% 以上。

性状 本品为无色~白色的结晶或结晶性粉末, 无气味, 稍带甜味。

确认试验 (1) 本品 0.2 g 溶解于稀硫酸 10 ml, 加高锰酸钾 0.1 g 煮沸时, 发生乙醛的气味。

(2) 本品的水溶液 (1→1000) 5 ml, 加水合茚三酮试液 1 ml, 加热 3 分钟, 液体呈紫色。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸冷却的水 10 ml, 溶解后液体的 pH 为 5.5~7.0。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +14.3°~+15.3° (干燥后, 6 N 盐酸试液, 100 ml, 100 mm)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 在 10 ml 水中溶解时, 液体几乎无色澄明。

(2) 氯化物 取本品 0.50 g, 进行试验时, 其限度为 0.02% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法调制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 0.3% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

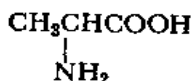
灼烧残分 0.2% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称量约 0.15 g, 加甲酸 3 ml 溶解, 加入非水滴定用冰醋酸 50 ml, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: α -萘酚苯试液 10 滴)。滴定的终点, 为液体从黄褐色经黄色转变为绿色的转变点。用同样的方法进行空白试验, 进行修正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 8.909 mg $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$

3. DL-丙氨酸

DL-Alanine



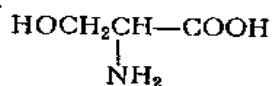
$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$; 89.09

将本品干燥定量时, 应含 DL-丙氨酸 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$) 98.0%。

- 性 状** 本品为无色~白色的结晶或结晶性粉末，没有气味，有甜味。
- 确认试验** (1) 本品 2.0 g 加稀硫酸 10 ml 溶解，加高锰酸钾 0.1 g 进行煮沸时，有乙醛样的气味产生。
(2) 在 5 ml 本品水溶液 (1→1000) 中，加 1 ml 茚三酮试液，加热 3 分钟后，液体呈现紫色。
- pH** 本品 2.0 g 加新煮沸并冷却的去离子水 20 ml 溶解，其溶液的 pH 值为 5.5~7.0。
- 纯度试验** (1) 溶性 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，液体几乎无色透明。
(2) 氯化物 称取本品 0.50 g 进行试验时，其允许范围在 0.02% 以下。用 0.30 ml 0.01 N 盐酸为比较液。
(3) 重金属 本品 2.0 g 加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验，其允许范围在 20 ppm 以下。用 4.0 ml 铅标准溶液为比较液。
(4) 砷 本品 1.0 g 加 5 ml 水进行溶解，以此作试验溶液。用 C 装置依法进行试验，其允许范围在 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 0.3% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。
- 灼烧残分** 0.2% 以下 (第 1 法, 1 g)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称取约 0.15 g，加非水滴定用冰醋酸 50 ml，加热溶解。冷却后，用 0.1 N 过氯酸进行滴定 (指示剂: α-萘酚苯试液 10 滴)。溶液由黄褐色经黄色变绿色为滴定终点。用同样的方法做空白试验进行校正。
0.1 N 过氯酸 1 ml = 8.909 mg C₃H₇NO₂

4. L-丝氨酸

L-Serine



C₃H₇NO₃; 105.09

本品干燥物定量时，L-丝氨酸 (C₃H₇NO₃) 含量为 98.0~102.0%。

- 性 状** 本品为白色结晶或结晶性粉末，无气味。
- 确认试验** (1) 本品的水溶液 (1→1000) 5 ml，加水合茚三酮试液 1 ml，加热 3 分钟时，液体呈紫色。
(2) 在试验管 (内径 15 mm, 长度 130 mm) 中，加入本品的水溶液 (1→20) 10 ml，过碘酸 0.2 g 和碳酸氢钠试液 5 ml，装上附有橡皮塞的玻璃管 (玻璃管的内径 3 mm, 长度 130 mm, 其长度的 110 mm 伸出在试验管外，将橡皮塞插入试管)。在沸腾水浴中加热，发生的气体由装在试验管 (内径 13 mm, 长度 105 mm) 中的润湿过的玻璃棉吸收 10 分钟，在玻璃棉上加铬变酸溶液 (1→50) 和硫酸 1 ml 时，即呈紫色。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +13.6~+16.0 (干燥后, 10 g, 2 N 盐酸, 100 ml, 100 mm)

纯度试验

(1) 溶状 本品 1.0 g, 加水 10 ml 溶解时, 液体几乎无色澄明。

(2) 氯化物 取本品 0.70 g, 试验进行时, 其限度为 0.020% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 氮 取本品 0.25 g, 按氮试验法 (第 1 法) 进行时, 其限度为 0.020% 以下。比较液取用氮标准液 5.0 ml。⁹

(4) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g, 按第 1 法配制试验溶液, 采用装置 A, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 0.3% 以下 (3 g, 105°, 3 小时)。

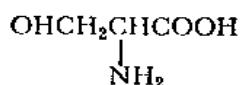
灼烧残分 0.1% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.15 g, 用甲酸 3 ml 溶解, 加非水滴定用冰醋酸 50 ml, 用 0.1 N 过氯酸滴定。滴定的终点为液体从黄褐色经黄色变为绿色。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 10.509 mg $C_3H_7NO_3$

5. DL-丝氨酸

DL-Serine



$C_3H_7NO_3$: 105.09

本品干燥物定量时, DL-丝氨酸 ($C_3H_7NO_3$) 含量为 98.0~102.0%。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 适用 L-丝氨酸的确认试验 (1)。

(2) 适用 L-丝氨酸的确认试验 (2)。

纯度试验 适用 L-丝氨酸的纯度试验。

干燥减量 0.3% 以下 (3 g, 105°, 3 小时)。

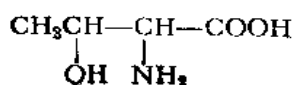
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 适用 L-丝氨酸定量法。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 10.509 mg $C_3H_7NO_3$

6. L-苏氨酸

L-Threonine



$C_4H_9NO_3$, 110.12

本品干燥物定量时, L-苏氨酸 ($C_4H_9NO_3$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 稍有甜味。

确认试验

(1) 本品 0.5 g 加水 5 ml, 加温溶解, 加过碘酸钾 0.5 g 加热时, 发生的气体, 使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

(2) 本品的水溶液 (1→1000) 5 ml, 加水合茚三酮试液 1 ml, 加热 3 分钟时, 液体呈紫色~红紫色。

旋光度

$[\alpha]_D^{20}$: -26~-29° (干燥后, 3 g, 水, 50 ml, 200 mm)。

纯度试验

(1) 溶状 本品 0.50 g 加水 10 ml 溶解, 液体无色, 几乎澄明。

(2) 重金属 本品 2.0 g 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

(3) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml, 加热溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量

0.3% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分

0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

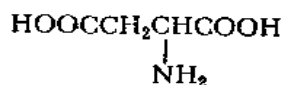
定量法

将本品干燥, 精确称量约 0.25 g, 加水 50 ml 溶解, 加甲醛 5 ml, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 3 滴)。用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 11.912 mg $C_4H_9NO_3$

7. L-天冬氨酸

L-Aspartic Acid



$C_4H_7NO_4$, 133.10

将本品干燥后定量时, L-天冬氨酸 ($C_4H_7NO_4$) 含量应在 98.0% 以上。

性 状

本品为白色结晶性粉末, 几乎没有气味。

确认试验

在 5 ml 本品水溶液 (1→5000) 中, 加 1 ml 茚三酮试液, 加热 5 分钟, 溶液呈紫色。

旋光度

$[\alpha]_D^{20}$: +24.8~+25.8° (干燥后, 4 g, 6 N 盐酸试液, 50 ml, 200 mm)。

纯度试验

(1) 溶性 在 1.0 g 本品中, 加 10 ml 稀盐酸溶解时, 液体无色澄清透明。

(2) 氯化物 在 0.7 g 本品中, 加稀硝酸 10 ml 溶解, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 0.020% 以下。用 0.40 ml 0.01 N 盐酸溶液为比较液。

(3) 硫酸盐 在 0.8 g 本品中, 加稀盐酸 3 ml 及水 30 ml 加热溶解, 再加水至 50 ml。以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 0.030% 以下。用 0.01 N 硫酸溶液 0.50 ml 为比较液。

(4) 重金属 称取本品 2.0 g, 依第 2 法进行试验时, 其允许范围在 10 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准溶液为比较液。

(5) 砷 在 1.0 g 本品中加 5 ml 稀盐酸溶解, 以此作试验溶液, 用 A 装置依法进行试验时, 其允许范围在 2 ppm 以下。

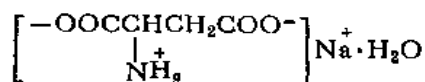
干燥减量 0.3% 以下 (3 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 精确称取干燥样品约 0.13 g, 加 6 ml 甲酸溶解, 再加 50 ml 冰醋酸后, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: α -萘酚苯试液 10 滴)。溶液由黄褐色变绿色为滴定终点。用同样的方法做空白试验校正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 13.310 mg $C_4H_7NO_4$

8. L-天冬氨酸钠 Monosodium L-Aspartate



$C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$, 173.10

将本品干燥后定量时, L-天冬氨酸钠 ($C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$) 含量应在 98.0% 以上。

性状 本品为无色~白色的柱状结晶或结晶粉末, 几乎没有气味。

确认试验 (1) 在 5 ml 本品水溶液 (1→1000) 中, 加 1 ml 茚三酮试液, 加热 3 分钟, 液体呈紫色。

(2) 本品的水溶液 (1→20), 呈钠盐的特性反应。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +18~+21° (干燥后, 4 g, 6 N 盐酸溶液, 50 ml, 200 mm)。

pH 在 2.0 g 本品中, 加 20 ml 新煮沸并冷却后的去离子水溶解, 其溶液的 pH 值为 6.0~7.5。

纯度试验 (1) 溶性 本品 1.0 g 溶于 10 ml 水中, 溶液几乎无色透明。

(2) 氯化物 称取本品 0.35 g 进行试验时, 其允许范围在 0.041% 以下。

(3) 重金属 称取本品 1.0 g, 按第 1 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准溶液为比较液。

(4) 砷 称取本品 1.0 g, 按第 1 法配制试液, 用装置 A 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

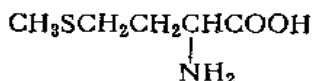
干燥减量 在 0.3% 以下 (5 g, 减压, 硅胶, 5 小时)。

定量法 将本品干燥后, 精确称取约 0.1 g, 溶于 0.5 ml 甲酸中, 再加冰醋酸 50 ml 后, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: α -萘酚苯试液 10 滴)。液体由黄褐色经黄色变绿为滴定终点。用同样方法做空白试验进行校正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 8.655 mg $C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$

9. L-蛋氨酸

L-Methionine



$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$; 149.21

本品干燥物定量时，L-蛋氨酸 ($\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为白色结晶或结晶性粉末，有特异气味，稍有甜味。

确认试验

(1) 本品 0.025 g 加 1 ml 用无水硫酸铜饱和的硫酸时，液体呈黄色。

(2) 本品 5 mg 加水 5 ml 溶解，加氢氧化钠试液 2 ml，振荡混合后，再加硝普酸钠试液 0.3 ml，振荡混合后，在 35~40° 放置 10 分钟后，冰冷 2 分钟，加稀盐酸 2 ml 摇和后，液体呈红色。

旋光度

$[\alpha]_D^{20}$: +21~+25° (干燥后，0.5 g, 6 N 盐酸试液, 25 ml, 100 mm)。

纯度试验

(1) 溶状 本品 0.50 g 加 20 ml 水溶解，液体无色，几乎澄明。

(2) 氯化物 本品 0.50 g 加水 20 ml 溶解，加稀硝酸 6 ml 和水至 40 ml。以此作为试验溶液，进行试验时，其限度为 0.021% 以下。比较液为 0.01 N 盐酸 0.30 ml 加稀硝酸 6 ml 和水至 40 ml，这里，试验溶液和比较液，各加硝酸银试液 10 ml。

(3) 重金属 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (3)。

(4) 砷 将本品 1.0 g 置于 100 ml 的分解烧瓶中，加硝酸 5 ml 和硫酸 2 ml，在烧瓶口上装上小漏斗，加热至产生白烟为止。冷后，每次加硝酸 2 ml 后加热共 2 次，再加浓过氧化氢每次 2 ml 加热数次，直至液体呈无色~微黄色为止。冷后，加饱和草酸铵溶液 10 ml，再加热至发生白烟为止。冷后，加水至 5 ml，以此作为试验溶液，采用装置 C，如法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量

0.5% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

灼烧残分

0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

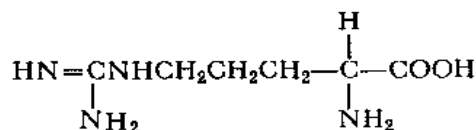
定 量 法

将本品干燥，精确称取约 0.3 g，置于通用塞烧瓶中，加入水 100 ml，磷酸二氢钾 5 g，磷酸二氢钾 2 g 和碘化钾 2 g，振荡混合使溶解。准确加入 0.1 N 碘液 50 ml，密塞后振荡混合，放置 30 分钟后，过量的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 碘液 1 ml = 7.460 mg $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$

10. L-精氨酸

L-Arginine



$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2$; 174.20

本品干燥物定量时, L-精氨酸 ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2$) 含量为 98.0~102.0%。

性 状

本品为白色结晶或结晶性粉末, 稍有特异的气味。

确认试验

(1) 本品的水溶液 (1→10), 呈碱性反应。

(2) 本品的水溶液 (1→20) 2 ml, 加 8-羟基喹啉和 *N*-溴丁二酰亚胺溶液 (1→1000) 1 ml 时, 液体呈红色。

旋光度

$[\alpha]_D^{20}$: +26.9°~+27.9°(干燥后, 4 g, 6 N 盐酸试液, 50 ml, 200 mm)。

纯度试验

(1) 溶状 本品 1.0 g 加 2 N 盐酸试液 10 ml 溶解时, 液体为无色, 几乎是澄明的。

(2) 氯化物 取本品 0.70 g, 进行试验时, 其限度在 0.02% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 铵 取本品 0.25 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度在 0.02% 以下。比较液取用铵标准液 5.0 ml。

(4) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g, 按第 1 法调制试验溶液, 采用装置 A 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量

0.50% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分

0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

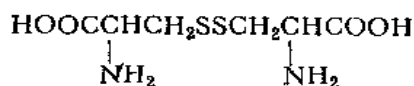
定 量 法

将本品干燥, 精确称量约 0.15 g, 加甲酸 3 ml 溶解, 加入非水滴定用冰醋酸 50 ml, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: α -萘酚苯试液 10 滴)。滴定的终点, 为液体从黄褐色经黄色转变为绿色的转变点。用同样的方法进行空白试验, 进行修正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 8.710 mg $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2$

11. L-胱氨酸

L-Cystine



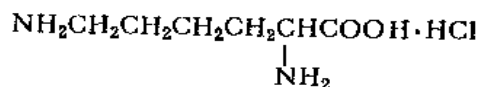
$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$; 240.29

- 本品干燥物定量时，L-胱氨酸($C_6H_{12}N_2O_4S_2$)含量为97.0~102.0%。
- 性 状** 本品为白色结晶或结晶性粉末，几乎无气味。
- 确认试验** (1) 本品5 mg加水10 ml，加氢氧化钠试液1 ml和氰化钾试液1 ml溶解，加硝普酸钠试液1滴时，液体呈红紫色。
(2) 本品5 mg加水5 ml加热溶解，然后加水合茚三酮试液1 ml，加热3分钟，液体呈紫色。
- 旋光度** $[\alpha]_D^{20}$ ：-215~-225° (干燥后，1 g，2 N盐酸，50 ml，100 mm)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品1.0 g加2 N盐酸10 ml溶解时，液体无色，几乎澄明。
(2) 氯化物 本品0.50 g加稀硝酸6 ml溶解，加水至50 ml，以此作为试验溶液，进行试验时，其限度为0.021%以下。比较液取用0.01 N盐酸0.30 ml。
(3) 硫酸盐 本品0.50 g加稀盐酸3 ml和水2 ml溶解，加水至50 ml，以此作为试验溶液，进行试验时，其限度在0.030%以下。比较液取用0.01 N硫酸0.30 ml。
(4) 氨 取本品0.1 g，根据氨试验法(第2法)进行时，其限度在0.020%以下。比较液取用氨水标准液20 ml。
(5) 重金属 取本品1.0 g，按第2法操作，试验进行时，其限度在20 ppm以下。比较液取铅标准液2.0 ml。
(6) 砷 本品1.0 g加硫酸5 ml和硝酸5 ml，加热，并屡屡加硝酸每次2~3 ml继续加热至液体变为无色~微黄色。冷后，加饱和草酸铵溶液15 ml，加热并浓缩至白烟发生并浓缩至2~3 ml为止。冷后，小心加水至10 ml，以此作为试验溶液，采用装置A，如法进行试验时，其限度在2 ppm以下。
- 干燥减量** 0.4%以下 (3 g，105°，3小时)。
- 灼烧残分** 0.1%以下 (第1法，2 g)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称取约0.25 g，按氮定量法(第2法)进行试验。

$$0.1\text{ N 硫酸 } 1\text{ ml} = 12.015\text{ mg } C_6H_{12}N_2O_4S_2$$

12. 赖氨酸盐酸盐

Lysine Hydrochloride



$C_6H_{14}N_2O_2\cdot\text{HCl}$, 182.65

本品干燥后定量时，赖氨酸盐酸盐($C_6H_{14}N_2O_2\cdot\text{HCl}$)的含量在98.0%以上。

- 性 状** 本品为白色粉末，没有气体或稍有特殊的气味。
- 确认试验** (1) 在5 ml本品的水溶液(1→100)中，加茚三酮试液1 ml，加热3分钟

时, 液体呈紫红色。

(2) 本品的水溶液(1→10)呈氯化物的定性反应。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +19.0~+21.5°(干燥后, 4 g, 稀盐酸(13→25), 50 ml, 200 mm)。

纯度试验 (1) 溶状 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (1)。

(2) 重金属 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (3)。

(3) 砷 适用 DL-丙氨酸的纯度试验 (4)。

干燥减量 1.0%以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.10 g, 加甲酸 2 ml 溶解后, 准确加 0.1 N 过氯酸 15 ml, 在水浴上加热 30 分钟。冷却后, 加冰醋酸至 60 ml, 过量的过氯酸用 0.1 N 的醋酸钠溶液滴定 (电位差法)。用同样的方法做空白试验 进行校正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 9.132 mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$

B. 维生素类

1. 维生素 A 油

Vitamin A Oil

本品为从水产动物的新鲜肝脏和幽门垂取得的脂肪油, 或其脂肪浓缩物或维生素 A 的脂肪酸酯加入肝油类或植物油后的产物。

本品定量时, 含量为表示维生素 A 单位的 90~120%。

性 状 本品为黄色~黄褐色澄明或稍带混浊的油液, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 适用视黄醇醋酸酯的确认试验 (1)。

纯度试验 (1) 消光比 本品适合按维生素 A 定量法第 1 法测定条件, 或按第 2 法定量时, 修正系数 f 的值在 0.85 以上。

(2) 酸 本品 1.2 g, 加中和乙醇和乙醚的等容量混合液 30 ml, 装上回流冷凝器, 平稳地煮沸 10 分钟使溶解。冷后, 加酚酞试液 5 滴和 0.1 N 氢氧化钠 0.60 ml 时, 液体呈红色。

(3) 变败性物质 本品加温时, 无败油气的气味产生。

定量法 按维生素 A 定量法进行试验。

第 1 法

1 g 中的维生素 A 单位数 = $E_{1\%}^{1cm}(326\text{ nm}) \times 1900$

$E_{1\%}^{1cm}(326\text{ nm}) = A/W \times V/100$

V: 试验溶液的总 ml 数;

W: 试验溶液 V ml 中的试料的 g 数。

第 2 法

1 g 中的维生素 A 单位数(以醇型计) = $E_{1\%}^{1\text{cm}}(325\text{ nm}) \times 1830$

$$E_{1\%}^{1\text{cm}}(325\text{ nm}) = A_2/W \times V/100 \times f$$

$$f = 6.815 - 2.555 \times A_1/A_2 - 4.260 \times A_3/A_2$$

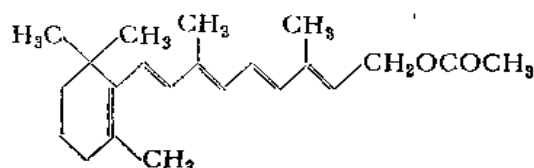
f : 修正系数;

V : 试验溶液的总 ml 数;

W : 试验溶液 V ml 中的试料的 g 数。

2. 视黄醇醋酸酯(维生素 A 醋酸酯)

Retinol Acetate



$C_{22}H_{32}O_2$: 328.49

本品为合成视黄醇醋酸酯或合成视黄醇醋酸酯添加植物油的产品。本品定量时, 含量为表示维生素 A 单位的 95~105%。

性 状

本品为微黄色~黄红色结晶或软膏状物质, 稍有非败油性的特异气味。

确认试验

(1) 本品用氯仿溶解, 按照表示单位, 制成 1 ml 中含 30 维生素 A 单位的液体, 取此液 1 ml, 加三氯化锑试液 3 ml 时, 液体立即变为蓝色, 但此色很快消退。

(2) 本品按维生素 A 的确认试验进行试验时, 本品与薄层色谱用视黄醇醋酸酯标准品呈蓝色的主要斑点的 R_f 值相等。此外, 在薄层色谱用视黄醇棕榈酸酯标准品呈蓝色的主要斑点相等的 R_f 的位置上, 本品看不到有斑点。

纯度试验

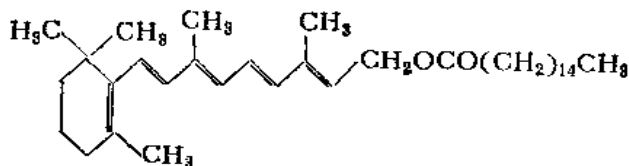
消光比 适用维生素 A 定量法(第 1 法)测定的条件。

定量法

按照维生素 A 定量法(第 1 法)进行试验。

3. 视黄醇棕榈酸酯(维生素 A 棕榈酸酯)

Retinol Palmitate



$C_{36}H_{60}O_2$: 524.87

本品为合成视黄醇棕榈酸酯或为合成视黄醇棕榈酸酯加植物油以后的制品。

本品定量时, 含量为维生素 A 表示单位的 95~105%。

性 状

本品为淡黄色~黄红色固体, 或为油状物质, 稍有一些非败油性的气味。

确认试验 (1) 适用视黄醇醋酸酯的确认试验 (1)。
 (2) 本品按照维生素 A 定量法的确认试验进行试验时, 本品和薄层色谱用棕榈酸视黄醇酯标准品呈蓝色的主要斑点的 R_f 值相等。此外, 在薄层色谱用醋酸视黄醇酯标准品呈蓝色的主要斑点的相同 R_f 的位置, 看不到本品有斑点。

纯度试验 消光比 本品的测定条件同维生素 A 定量法(第 1 法)的测定条件相适应。

定量法 按照维生素 A 定量法(第 1 法)进行试验

$$1 \text{ g 中维生素 A 单位数} = E_{1\%}^{1\text{cm}}(326 \text{ nm}) \times 1900$$

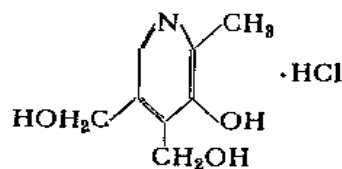
$$E_{1\%}^{1\text{cm}}(326 \text{ nm}) = A/W \times V/100$$

V : 试验溶液的总 ml 数;

W : 试验溶液 V ml 中的试料 g 数。

4. 盐酸吡哆醇(维生素 B₆)

Pyridoxine Hydrochloride



$\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$; 205.64

本品干燥后定量时, 盐酸吡哆醇($\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$)的含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色~淡黄色的结晶或结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 在 1 ml 本品的水溶液(1→1000)中, 加氯化铁试液 1 滴时, 液体呈橙褐色, 若再加 1 滴时, 又变成黄色。

(2) 在 1 ml 本品的水溶液(1→10000)中, 加新制备的 2, 6-二溴靛氯亚胺-乙醇溶液(1→4000)2 ml 及氨水试液 1 滴时, 溶液呈蓝色。在 1 ml 本品的水溶液(1→10000)中, 加饱和硼酸溶液 1 ml 后, 进行同样操作时, 液体不显蓝色。

(3) 本品的水溶液(1→10)呈氯化物的定性反应。

熔点 204~210° (第 1 法)。

pH 在 2.0 g 本品中加新煮沸冷却的去离子水 20 ml 溶解, 该液的 pH 为 2.2~3.0。

纯度试验 重金属 在 1.0 g 本品中加水 20 ml 溶解, 加酚酞试液 1 滴, 然后滴加氨水试液, 一直到溶液微呈红色为止, 之后加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml, 以此作试验溶液按第 4 法试验, 其允许范围在 30 ppm 以下。用 3.0 ml 铅标准液为比较液。

干燥减量 0.3% 以下(1 g, 减压, 硅胶, 4 小时)。

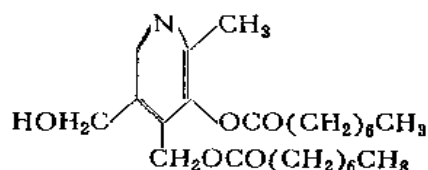
灼烧残分 0.10% 以下(第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.2 g, 加非水滴定用冰醋酸 5 ml 及醋酐 5 ml, 缓慢煮沸溶解。冷却后, 加醋酐 30 ml, 用 0.1 N 过氯酸进行滴定(电位差法)。用同样的方法做空白试验进行校正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 20.564 mg $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$

5. 吡哆醇二辛酸酯(维生素 B₆ 二辛酸酯)

Pyridoxine Dioctanoate



$C_{24}H_{38}NO_5$; 421.58

本品干燥物定量时, 吡哆醇二辛酸酯 ($C_{24}H_{38}NO_5$) 的含量在 97.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 2 g, 加氢氧化钾-乙醇试液 40 ml。装上回流冷却器, 在水浴上加热 1 小时后, 冷却。加水 40 ml, 稀盐酸 15 ml 和氯仿 40 ml, 振荡混合, 取水层 2 ml, 加水 10 ml 后, 加氢氧化钠试液中和, 作为试验溶液。取试验溶液 1 ml, 加氯化铁试液 1 滴时, 液体呈橙褐色, 再加盐酸 1 滴时, 变为黄色。

(2) 取(1)的试验溶液 1 ml 加水 10 ml, 取其 1 ml, 加 2, 6-二溴醌氯亚胺-乙醇溶液 (1→4000) 2 ml 和氨水试液 1 滴时, 液体呈蓝色。

(3) 本品 0.5 g 置于表面皿上, 加热至熔点以上时, 有辛酸样的气味发生。

熔点 69~73° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 液性 本品 2.0 g 加水 10 ml, 强烈振荡混合后过滤, 滤液呈中性。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 慢慢加热, 务必在低温灰化。冷后, 加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴, 加热至有白烟生成为止。然后在 450~500° 灼烧灰化, 冷后加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸, 残留物加盐酸 3 滴润湿, 加热水 10 ml 加温 2 分钟。然后加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液至液体呈微红色, 加稀盐酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液。按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 0.4 g 置于磁坩埚中, 加硝酸镁-乙醇溶液 (1→50) 10 ml, 将乙醇点火燃烧后, 慢慢加热灰化。冷后, 加盐酸 3 ml, 在水浴上加热溶解。以此作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。

(4) 游离吡哆醇 精确称取本品约 1 g, 加水 80 ml, 强烈振荡混合后, 过滤, 滤纸上的残留物用水 20 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 在水浴上蒸发干

滴。加非水滴定用冰醋酸 60 ml, 用 0.1 N 过氯酸滴定时 (指示剂: 结晶紫试液 2 滴), 其限度为 1.0% 以下。滴定的终点, 为液体从紫色变为蓝色。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 16.918 mg C₈H₁₁NO₃

(5) 游离辛酸 精确称量本品约 1 g 后, 置于通用塞三角烧瓶中, 加石油醚 20 ml, 振荡混合 1 分钟后, 放置 2 小时后过滤。将烧瓶和滤纸每次用石油醚 5 ml 洗 3 次, 将洗液和滤液合并, 加乙醇 35 ml 和酚酞试液 1 ml, 用 0.1 N 氢氧化钾液滴定时, 0.1 N 氢氧化钾的消耗量, 在 0.75 ml 以下。滴定的终点, 为液体保持微红色 30 秒钟。

干燥减量 0.3% 以下 (2 g, 减压, 硫酸, 4 小时)。

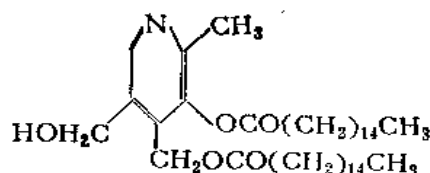
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.4 g, 加非水滴定用冰醋酸 40 ml 溶解, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 结晶紫试液 2 滴)。滴定的终点, 为液体从紫色变为蓝色。用同样的方法进行空白试验以作修正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 42.16 mg C₂₄H₃₉NO₅

6. 吡哆醇二棕榈酸酯(维生素 B₆ 二棕榈酸酯)

Pyridoxine Dipalmitate



C₄₀H₇₁NO₅; 646.00

本品干燥物定量时, 吡哆醇二棕榈酸酯 (C₄₀H₇₁NO₅) 含量在 97.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 取本品 2 g, 加氢氧化钾-乙醇试液 40 ml, 在水浴上加热 1 小时, 冷后, 加水 40 ml, 稀盐酸 15 ml, 加氯仿 40 ml, 振荡混合, 除去分离出来的氯仿层保存, 取水层液 2 ml, 加水 10 ml 后, 用氢氧化钠试液中和, 作为试验溶液。取试验溶液 1 ml, 加氯化铁试液 1 滴时, 液体呈橙褐色, 再加盐酸 1 滴时, 变为黄色。

(2) 取 (1) 的试验溶液 1 ml, 加水 10 ml。从此液中取出 1 ml, 加 2, 6-二溴靛氯亚胺-乙醇溶液 (1→4000) 2 ml 和氨水试液 1 滴时, 液体呈蓝色。

(3) 取从 (1) 分离保存的氯仿层, 用水洗涤至洗液呈中性后, 加无水硫酸钠 2 g, 振荡混合放置 1 小时后, 用干燥的滤纸过滤, 减压蒸去滤液中的氯仿。残留物置干燥器 (硅胶) 中干燥 4 小时, 测定其熔点 (第 1 法) 为 57~63°。

熔 点 86~89° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 液性 适用吡哆醇二辛酸酯的纯度试验 (1)。

(2) 重金属 适用吡哆醇二辛酸酯的纯度试验 (2)。

(3) 砷 适用吡哆醇二辛酸酯的纯度试验 (3)。

(4) 游离吡哆醇 适用吡哆醇二辛酸酯的纯度试验 (4)。

(5) 游离棕榈酸 精确称取本品约 1 g, 置于通用塞三角烧瓶中, 加入加热的中性乙醇 20 ml, 振荡混合后过滤。将三角烧瓶和滤纸用中性乙醇洗 3 次, 每次用 5 ml 中性乙醇, 将洗液和滤液合并, 用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液滴定时, 0.1 N 氢氧化钾液的消耗量, 在 0.5 ml 以下。滴定的终点, 为液体保持微红色 30 秒钟。

干燥减量 0.3% 以下 (2 g, 减压, 硫酸, 4 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 2 g)。

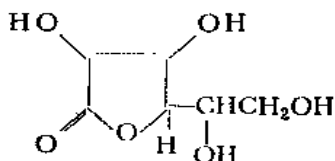
定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.5 g, 加非水滴定用冰醋酸 40 ml 溶解, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 结晶紫试液 2 滴)。滴定的终点, 为液体从紫色变为蓝色。

用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 64.60 mg C₄₉H₇₁NO₅

7. 抗坏血酸 (维生素 C)

Ascorbic Acid



C₆H₈O₆; 176.13

将本品干燥进行定量时, L-抗坏血酸 (C₆H₈O₆) 含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶粉末, 没有气味, 有酸味。

确认试验 (1) 本品水溶液 (1→50) 每 5 ml 加高锰酸钾试液 1 滴或 2, 6-二氯酚靛酚钠试液 1 滴, 试液的颜色均立刻消失。

(2) 本品 1 g, 加偏磷酸溶液 (1→50) 100 ml 溶解, 在 5 ml 该溶液中, 加碘液至溶液呈微黄色, 之后, 加硫酸铜溶液 (1→1000) 1 滴及吡咯 1 滴, 在 50° 下加热 5 分钟, 溶液变蓝。

(3) 在 2 ml 本品水溶液 (1→100) 中, 加硝普酸钠试液 5~6 滴, 该溶液立刻变蓝。

pH 取本品 1 g, 加新煮沸冷却的去离子水 50 ml 溶解, 该溶液的 pH 值为 2.4~2.8。

熔 点 187~192° (第 1 法)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +20.5~+21.5 (2.5 g, 水 25 ml, 100 mm)。

纯度试验 重金属 取本品 1.0 g, 按第 1 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。
用 2.0 ml 铅标准溶液为比较液。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 减压, 硅胶, 4 小时)。

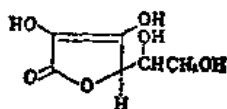
灼烧残分 0.1% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.2 g, 加偏磷酸溶液 (1→50) 50 ml 溶解, 用 0.1 N 碘液滴定 (指示剂: 1 ml 淀粉试液)。

0.1 N 碘液 1 ml = 8.806 mg $C_6H_8O_6$

8. 异抗坏血酸

Erythorbic Acid



$C_6H_8O_6$: 176.13

本品干燥后定量时, 异抗坏血酸 ($C_6H_8O_6$) 的含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色~带黄白色的结晶或结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 在 2 ml 本品水溶液 (1→20) 中, 加硝酸钠试液 5~6 滴后, 再加氢氧化钠试液 1 滴, 此时溶液立即现蓝色。

(2) 将 0.1 g 本品溶于 100 ml 偏磷酸溶液 (1→50) 中, 在 5 ml 该液中滴加碘液直到溶液稍微呈现黄色为止, 然后加硫酸铜溶液 (1→1000) 1 滴及吡咯 1 滴在 50~60° 的水浴上加热 5 分钟, 此时溶液呈蓝色~蓝绿色。

(3) 在 10 ml 本品的溶液 (1→100) 中, 加高锰酸钾试液 1 ml 时, 试液的颜色立即消失。

(4) 在 5 ml 本品的水溶液 (1→100) 中, 加 0.3 ml 氢氧化钠试液后, 再加 2 滴醋酸双氧铀试液, 此时溶液呈现褐色。此溶液加 2 ml 氢氧化钠试液时, 溶液的褐色变深。

熔点 166~172° (第 1 法)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -16.2~-18.2° (1.0 g, 水, 10 ml, 100 mm)。

纯度试验 (1) 重金属 在 1.0 g 本品中加水 20 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml, 以此为试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。

(2) 砷 在 1.0 g 本品中加 5 ml 水溶解, 以此作试验溶液用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

干燥减量 0.4% 以下 (1 g, 减压, 硅胶, 3 小时)。

灼烧残分 0.1% 以下 (第 1 法, 1 g)。

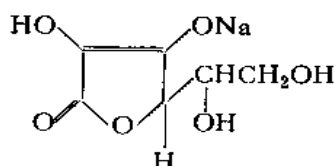
定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.4 g, 在偏磷酸溶液 (1→50) 中溶解并定容至 100

ml。取其中的 50 ml，用 0.1 N 碘液滴定（指示剂：淀粉试液 1 ml）。

0.1 N 碘液 1 ml = 8.806 mg $C_6H_8O_6$

9. 抗坏血酸钠

Sodium Ascorbate



$C_6H_7NaO_6$: 198.11

将本品干燥定量时，应含 L-抗坏血酸钠 ($C_6H_7NaO_6$) 在 95.0% 以上。

性 状 确认试验

本品为白色~略带黄白色的颗粒或结晶性粉末，没有气味，稍有盐味。

(1) 1 g 本品加新煮沸冷却后的蒸馏水 10 ml 溶解，该溶液具有右旋性。

(2) 在 1 g 本品中，加偏磷酸溶液 (1→50) 100 ml 溶解，取该液 5 ml 加碘液至溶液呈微黄色，再加硫酸铜溶液 (1→1000) 1 滴及吡咯 1 滴，在 50° 下加热 5 分钟，该溶液呈蓝色。

(3) 在 2 ml 本品水溶液 (1→100) 中，加 0.1 N 盐酸 4 ml 及硝普酸钠试液 5~6 滴后，再加氢氧化钠试液 2 滴，该溶液立刻变蓝。

(4) 在 5 ml 本品水溶液 (1→50) 中，加高锰酸钾试液 1 滴，试液的颜色立即消失。

(5) 本品水溶液 (1→20)，显钠盐的定性反应。

pH

在 1 g 本品中，加新煮沸冷却后的去离子水 50 ml 溶解，该溶液的 pH 为 6.5~8.0。

纯度试验

(1) 溶状 1.0 g 本品加入 10 ml 水溶解后，溶液澄清透明，液体的颜色不大于比较液 J 的色泽。

(2) 重金属 取本品 1 g 尽量在较低温度下缓缓加热，基本炭化后加硝酸 5 ml，慢慢加热驱除硝酸，再在 450~550° 下灼烧 1 小时，冷却后，在残留物上加盐酸 1 ml 及硝酸 0.5 ml，用水浴加热蒸发至干，再加稀盐酸 1 ml 及水 30 ml 溶解，必要时进行过滤。溶液中加入酚酞 1 滴，然后滴加氨水至溶液显微红色为止，之后，加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml，以此作试验溶液，按第 4 法进行试验时，其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。

(3) 砷 0.5 g 本品加 5 ml 水溶解，以此作试验溶液，用装置 C 依法进行试验时，其范围应在 4 ppm 以下。

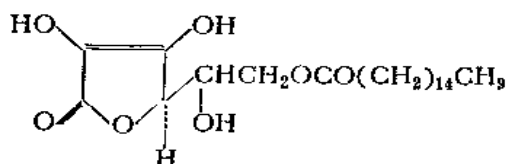
干燥减量 0.5% 以下 (5 g，减压，硅胶，4 小时)。

定量法 精确称取干燥后的本品约 0.2 g，加入偏磷酸溶液 (1→50) 50 ml 溶解，用 0.1 N 碘液进行滴定（指示剂：1 ml 淀粉溶液）。

0.1 N 碘液 1 ml = 9.905 mgC₆H₇NaO₈

10. 抗坏血酸基棕榈酸酯 (维生素 C 棕榈酸酯)

Ascorbyl Palmitate



C₂₂H₃₈O₇: 414.54

本品干燥物定量时, L-抗坏血酸基棕榈酸酯 (C₂₂H₃₈O₇) 含量在 93.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶性粉末, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 适用抗坏血酸基硬脂酸酯的确认试验 (1)、(2) 和 (3)。

(2) 适用抗坏血酸基硬脂酸酯的确认试验 (4), 但是残留物的熔点为 57~63°。

干燥减量 2.0% 以下 (1 g, 减压, 硫酸, 4 小时)。

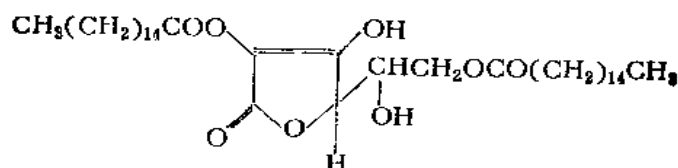
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 适用抗坏血酸基硬脂酸酯的定量法。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 20.727 mgC₂₂H₃₈O₇

11. 抗坏血酸基二棕榈酸酯 (维生素 C 二棕榈酸酯)

Ascorbyl Dipalmitate



C₃₈H₆₈O₈: 652.95

本品干燥物定量时, L-抗坏血酸基二棕榈酸酯 (C₃₈H₆₈O₈) 的含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 测定本品的乙醇溶液 (1→25) 的旋光度时, 显示右旋性。

(2) 取本品的乙醇溶液 (1→100) 2 ml, 加硝酸钠试液 5 滴后, 再加氢氧化钠试液 1 滴和水 2 ml, 在水浴上加热 2 分钟时, 液体呈带绿蓝色。

(3) 本品 0.2 g 加乙醇 5 ml, 在水浴上加热 1 分钟溶解, 冷后, 加高锰酸钾试液 1 滴时, 液体呈褐色。

(4) 取本品 0.2 g 置于 50 ml 的三角烧瓶中，加乙醇 5 ml，装上回流冷凝器在水浴上加热 30 分钟，冷后，加高锰酸钾试液 1 滴时，液体的红色，立即消失。

(5) 取本品 2 g，加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 50 ml，装上回流冷凝器在水浴上煮沸 1 小时后，然后将乙醇大部分馏去。冷后加稀硫酸至呈酸性，加乙醇 30 ml 强力振荡混合，分取其乙醚层，用水洗乙醚层至洗液呈中性为止。在水浴上馏去乙醚，测定残留物的熔点（第 1 法）为 57~63°

熔 点 109~115°（第 1 法）。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g，慢慢加热，在较低温度下基本灰化后，加盐酸 1 ml 和硝酸 0.2 ml，在水浴上蒸发干涸后，加稀盐酸 1 ml 和水 15 ml，加热溶解。冷后，加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液至液体呈微红色为止，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液按第 4 法进行试验时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g 加硝酸 20 ml，稍稍加热使内容物变为流动状为止，冷后，加硫酸 5 ml 加热至产生白烟为止。如果液体还呈褐色，则在冷后追加硝酸 5 ml，重复这样操作直至液体变为无色~微黄色，才停止加热，冷后，加饱和草酸铵试液 15 ml，加热至产生白烟为止。冷后，加水至 25 ml，作为试验溶液采用装置 C，如法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

(3) 游离抗坏血酸 取本品 1.0 g 加水 10 ml，振荡混合后过滤，残留物用水 10 ml 洗涤，将洗液和滤液合并，加 0.1 N 氢氧化钾试液 1.0 ml 和甲基橙试液 1 滴时，液体不呈红色。

干燥减量 1.0% 以下（2 g，减压，硫酸，4 小时）。

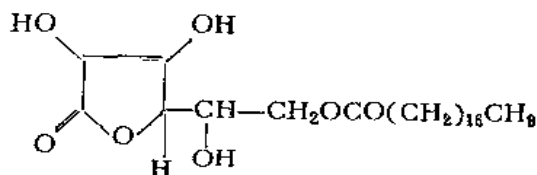
灼烧残分 0.10% 以下（第 1 法，2 g）。

定量法 将本品干燥，精确称取约 0.4 g，加中性乙醇 30 ml，加温溶解，冷后，用 0.1 N 氢氧化钠液滴定（指示剂：酚酞试液 2 滴）。滴定终点为液体粉红色保持 30 秒钟。

0.1 N 氢氧化钠试液 1 ml = 65.30 mgC₂₄H₄₂O₇

12. 抗坏血酸基硬脂酸酯（维生素 C 硬脂酸酯）

Ascorbyl Stearate



C₂₄H₄₂O₇, 442.59

本品干燥物定量时，L-抗坏血酸基硬脂酸酯（C₂₄H₄₂O₇）的含量，在 93.0%

以上。

性 状 本品为白色结晶性粉末，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 测定本品乙醇溶液 (1→25) 的旋光度时，显示右旋性。

(2) 本品的乙醇溶液 (1→100) 2 ml，加硝普酸钠试液 5 滴后，再加氢氧化钠试液 1 滴和水 2 ml，在水浴上加热 2 分钟，液体呈蓝色。

(3) 本品的乙醇溶液 (1→100) 10 ml，加高锰酸钾试液 0.5 ml 时，试液的红色立即消失。

(4) 本品 2 g，加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 50 ml，装上回流冷凝器，煮沸 1 小时后，将大部分乙醇馏去。冷后，加稀硫酸至呈酸性，加乙醚 30 ml，强力振荡混合，分取其乙醚层，每次用水 10 ml 洗 2 次后，在水浴上将乙醚馏去，测定残留物的熔点 (第 2 法) 为 52~70°。

熔 点 115~118° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g，加乙醇 100 ml，在 50° 加温溶解，液体几乎澄明。

(2) 砷 取本品 1.0 g，加硝酸 20 ml，加热至内容物呈流动状为止。冷后，加硫酸 5 ml，加热至产生白烟为止，若液体还呈褐色，则冷后追加硝酸，每次 5 ml，继续加热和冷却，直至液体呈无色~微黄色。冷后，加饱和草酸铵试液 15 ml，加热至产生白烟为止。冷后，加水至 25 ml，作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 2% 以下 (1 g，减压，硅胶，4 小时)。

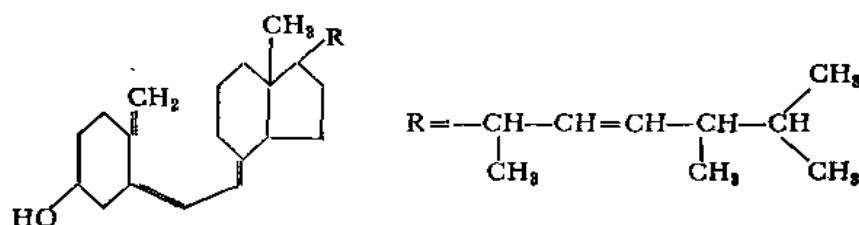
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法，2 g)。

定 量 法 将本品干燥，精确称取其约 0.3 g，置于通用塞烧瓶中，加乙醇 25 ml 溶解，然后准确加入 0.1 N 碘液 25 ml，密塞后振荡混合，用 0.1 N 硫代硫酸钠液快速滴定，滴定的终点，为液体从绿色变为蓝色维持 30 秒为准 [指示剂：亚甲基蓝溶液 (1→1000) 3 滴]。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 22.130 mg C₂₄H₄₂O₇

13. 麦角钙化醇 (维生素 D₂)

Ergocalciferol



C₂₈H₄₄O₇ 386.66

性 状 本品为白色的结晶，没有气味。

确认试验 (1) 在 0.5 mg 本品中加 5 ml 氯仿溶解，再加无水醋酸 0.3 ml 及硫酸 0.1

ml 摇匀, 此时溶液呈红色并立即变蓝, 然后再变成绿色。

(2) 在 0.05 g 本品中加 1 ml 无水吡啶溶解, 将 3,5-二硝基氯化苯甲酰 0.05 g 溶于 1 ml 无水吡啶的溶液加入, 装好回流冷凝器在水浴上加热 10 分钟。冷却后, 移入分液漏斗中, 加 1 N 盐酸 15 ml 及乙醚 30 ml 振摇混合并放置分层, 然后分取乙醚层。将该液每次用 1 N 盐酸 15 ml 洗涤 3 次, 再加 30 ml 水洗涤, 然后加无水硫酸钠 5 g 放置 20 分钟, 用脱脂棉进行过滤。过滤后, 用少量的乙醚洗涤容器, 将洗液合并到滤液中, 减压蒸除乙醚。再用丙酮为溶剂重结晶二次, 然后用玻璃干燥器 (减压, 硅胶) 干燥 2 小时, 测定其熔点 (第 1 法) 为 147~149°。

熔 点 将本品装入毛细管, 减压干燥 3 小时后, 立即熔封毛细管进行试验 (第 1 法), 其熔点为 115~118℃。

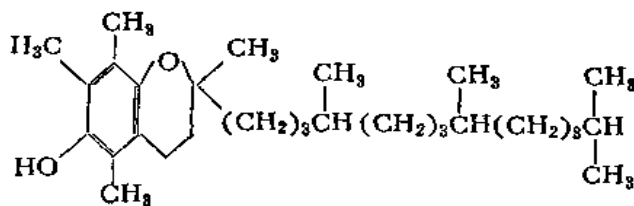
比消光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (265 nm): 445~485 (0.01 g, 乙醇, 1000 ml)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +102~+107° (0.3 g, 乙醇, 20 ml, 100 mm)。

纯度试验 麦角甾醇 在 0.01 g 本品中加稀乙醇 (9→10) 2 ml 溶解, 再将 0.02 毛地黄皂苷溶于稀乙醇 (9→10) 2 ml 的溶液加入, 放置 18 小时不产生沉淀。

14. *dl*- α -生育酚 (维生素 E)

dl- α -Tocopherol



$C_{29}H_{50}O_2$: 430.71

本品定量时, *dl*- α -生育酚 ($C_{29}H_{50}O_2$) 含量在 96.0% 以上。

性 状 本品为黄色~黄褐色透明粘性液体, 无气味。

确认试验 适用 *DL*- α -生育酚醋酸酯的确认试验 (1)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.947~0.955 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.503~1.507。

消光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (292 nm): 71.0~76.0 (0.01 g, 无水乙醇, 200 ml, 10 mm)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.10 g 加无水乙醇溶解成为 10 ml, 液体澄明; 液体的颜色, 不深于 C 号比色液。

(2) 重金属 适用 *dl*- α -生育酚醋酸酯的纯度试验 (2)。

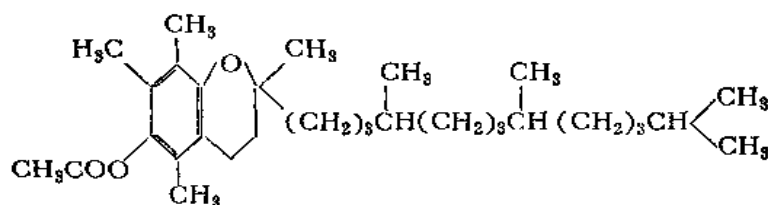
定 量 法 精确称取本品约 0.05 g, 加硫酸-乙醇溶液 (3→200) 100 ml 溶解, 加水 20 ml。在搅拌混合条件下, 用 0.01 N 硫酸高铈液滴定 (指示剂: 二苯胺试液 2 滴)。但是, 操作时要避免直射日光, 滴加速度为 10 秒钟 25 滴, 滴定的终点为液体保持蓝紫色 10 秒钟时作为终点。用同样的方法进行空白试验,

以作校正。

0.01 N 硫酸高铈铵液 1 ml = 2.1536 mgC₂₉H₅₀O₂

15. *dl*- α -生育酚醋酸酯 (维生素 E 醋酸酯)

dl- α -Tocopherol Acetate



C₃₁H₅₂O₂: 472.75

本品定量时, *dl*- α 生育酚醋酸酯 (C₃₁H₅₂O₂) 含量在 96.0% 以上。

性 状 本品为黄色透明粘性液体, 几乎没有气味。

确认试验 (1) 本品 0.01 g 加无水乙醇 10 ml 溶解, 加发烟硝酸 2 ml, 在 75° 加热 15 分钟时, 液体呈红色~橙色。

(2) 本品 10.0 g 加氯仿溶解成为 100 ml, 此溶液在层长 200mm 测定旋光度时, 几乎看不出有旋光性。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.952~0.966 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.494~1.499。

消光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (284 nm): 41.0~45.0 (0.01 g, 无水乙醇, 100 ml)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.10 g, 加无水乙醇 10 ml 溶解, 液体澄明, 液体的颜色, 不比下面的比较液深。

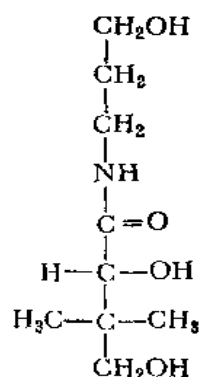
比较液: 氯化铁色的比较原液 0.5 ml, 加 0.5 N 盐酸至 100 ml。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 按灼烧残渣分试验法 (第 1 法) 灼烧后, 加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

定 量 法 精确称量本品约 0.25 g, 置于 100 ml 的褐色圆底烧瓶中, 加无水乙醇 25 ml 溶解, 加硫酸-乙醇溶液 (3→20) 20 ml, 装上回流冷凝器, 在水浴上加热 3 小时, 冷后, 转移到 200 ml 的褐色量瓶中, 加无水乙醇至 200 ml。取此液 50 ml, 加硫酸-乙醇溶液 (3→200) 50 ml 和水 20 ml, 用 0.01 N 硫酸高铈铵液在摇动混合下滴定 (指示剂: 二苯胺试液 2 滴)。操作时要避免直射日光, 滴加速度为 10 秒钟 25 滴, 滴定的终点, 为液体保持蓝紫色 10 秒钟。用同样的方法进行空白试验。

0.01 N 硫酸高铈铵液 1 ml = 2.3638 mgC₃₁H₅₂O₂

16. D-泛醇 D-Pentotheryl Alcohol



$\text{C}_9\text{H}_{19}\text{NO}_4$; 205.25

本品定量时，换算为脱水物，D-泛醇 ($\text{C}_9\text{H}_{19}\text{NO}_4$) 含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为无色粘性液体，稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.2 g 加氢氧化钠试液 5 ml 溶解，加硫酸铜试液 1 滴时，液体呈深蓝色~紫色。

(2) 本品 0.2 g 加氢氧化钠试液 5 ml，煮沸 1 分钟，冷后，加稀盐酸 2 ml 和氯化铁试液 1 滴时，液体呈黄色。

(3) 本品 0.2 g 加水 2 ml 溶解，加稀盐酸 1 ml，在水浴上加热 10 分钟。冷后，加 β -萘酚-4 磺酸钠溶液 (1→20) 3 滴，再加氢氧化钠试液至呈碱性时，液体呈暗褐色。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +28~+32° (换算为脱水物，1 g，水，20 ml，100 mm)。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 10 ml 溶解，液体的 pH 为 8.5~10.5。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时，液体无色澄明。

(2) 重金属 取本品 1 g，按第 1 法操作，试验进行时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 生物碱 取本品 0.20 g 加水 5 ml 溶解，加稀盐酸 1 ml 和迈尔生物碱试液 2 滴，放置 1 分钟，液体不混浊。

水 分 1.0% 以下 (3 g)。

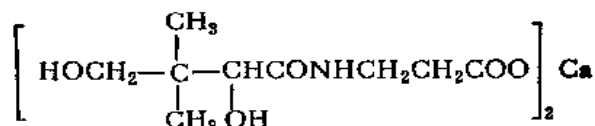
定量法 取本品约 1.5 g 置于 100 ml 皂化烧瓶中精确称量，准确加入 30 ml 5 N 盐酸使溶解。装上回流冷凝器，在水浴上加热 2 小时。冷后，用 0.5 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂：溴百里酚蓝试液 3 滴)。滴定的终点，为液体从黄色变为蓝色。用同样方法进行空白试验。

0.5 N 盐酸 1 ml = 102.63 mg $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{NO}_4$

根据从此式算出的 D-泛醇的数值和水分的数值，换算为对应脱水物的重量

%。

17. 泛酸钙 Calcium Pantothenate



$\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{CaN}_2\text{O}_{10}$; 476.54

本品干燥物定量时, 氮(N; 14.01)含量为 5.7~6.0%, 钙(Ca; 40.08)含量为 8.2~8.6%。

性 状 本品为白色粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品 0.05 g 加氢氧化钠试液 5 ml 溶解, 过滤, 滤液中加硫酸铜试液 1 滴时, 液体呈深蓝色。

(2) 本品 0.05 g 加氢氧化钠试液 5 ml, 煮沸 1 分钟, 冷后, 加稀释盐酸 (1→10) 至液体的 pH 为 3.0~4.0, 加氯化铁试液 2 滴时, 液体呈黄色。

(3) 本品的水溶液 (1→10), 呈钙盐的定性反应。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +25.0~+28.5° (干燥后, 1 g, 水, 20 ml, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后的冷却水至 20 ml 溶解, 液体的 pH 为 7.0~9.0。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 液体无色澄明。

(2) 重金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 生物碱 本品 0.05 g 加水 5 ml 溶解, 加稀醋酸 1 ml 及迈尔生物碱试液 2 滴, 放置 1 分钟, 液体不混浊。

干燥减量 5.0% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

定量法 (1) 氮 将本品干燥, 精确称取约 0.05 g, 用氮定量法(第 1 法)进行试验。

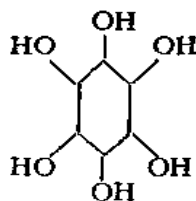
0.01 N 硫酸 1 ml = 0.14010 mgN

(2) 钙 将本品干燥, 精确称取约 0.4 g, 加水 30 ml, 加温溶解, 冷后, 准确加 0.05 mol/L EDTA 二钠液 25 ml, 再加 pH 10.7 的氨水氯化铵缓冲液 10 ml 后, 过量的 EDTA 二钠用 0.05 mol/L 氯化镁液滴定(指示剂: 羊毛铬黑 T、氯化钠指示剂 0.04 g)。滴定的终点, 为液体从蓝色变为红紫色。用同样的方法进行空白试验。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 2.004 mgCa

18. 肌 醇

Inositol



$C_6H_{12}O_6$; 180.16

本品干燥后定量时，肌醇 ($C_6H_{12}O_6$) 含量应在 97.0% 以上。

性 状

本品为白色结晶或结晶性粉末，没有气味，有甜味。

确认试验

(1) 在 1 ml 本品水溶液 (1→50) 中加硝酸 6 ml，放在水浴上蒸发至干，在残留物中加硝酸铋溶液 (1→10) 0.5 ml，再在水浴上蒸干，此时残留物呈红紫色。

(2) 在 4 ml 本品水溶液 (1→100) 中，加醋酸铅试液 1 ml 振摇混合，在水浴上加热 5 分钟，此时液体变成半透明的凝胶。

熔 点

223~227° (第 1 法)。

纯度试验

(1) 溶性及液性 在 1.0 g 本品中加水 100 ml 溶解，此时液体无色透明而且为中性。

(2) 重金属 在 1.0 g 本品中，加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml 以此作试验溶液，按第 4 法进行试验，其允许范围在 5 ppm 以下。用 2.5 ml 铅标准液为比较液。

(3) 铁 在 2.0 g 本品中加 20 ml 水溶解，再加 2 ml 盐酸及 0.04 g 过硫酸铵，以此作为试验溶液进行试验，其允许范围在 5 ppm 以下。用 1 ml 铁标准液为比较液。

(4) 费林试液还原物 在 0.50 g 本品中加 10 ml 水溶解。加 5 ml 费林试液煮沸 3 分钟后，放置 30 分钟，此时不能产生类似黄色~红色的沉淀。

干燥减量

0.5% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

灼烧残分

0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

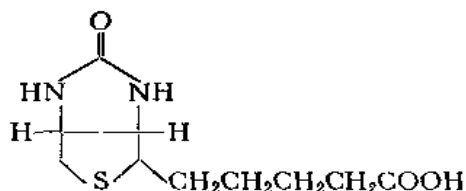
定 量 法

将本品干燥，精确称取约 0.2 g 放入烧杯中，加 1 ml 稀硫酸及 50 ml 无水醋酸的混合液 5 ml，在水浴上加热 20 分钟后，用冰冷却。再加水 100 ml 煮沸 20 分钟，冷却后移入分液漏斗，再用少量水洗后倒入。然后用 30 ml、25 ml、20 ml、15 ml、10 ml 氯仿及用 10 ml 洗涤烧杯的氯仿，顺序抽提。将全部氯仿抽提液合并，用 10 ml 水洗涤，把氯仿层用脱脂棉过滤，再用 10 ml 氯仿洗涤水层及脱脂棉，将洗液合并到滤液中，放在水浴上蒸发干涸，在 105° 下干燥 2 小时，冷却后称其重量，该量作为六乙酰基肌醇 ($C_{18}H_{24}O_{12}$; 432.38) 的重量。

肌醇 ($C_6H_{12}O_6$) 的量 (mg) = 六乙酰基肌醇 ($C_{18}H_{24}O_{12}$) 的量 (mg) $\times 0.4167$

19. 生物素

Biotin



$C_{10}H_{16}N_2O_3S$; 244.31

本品干燥物定量时, 生物素 ($C_{10}H_{16}N_2O_3S$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色或近乎白色的结晶性粉末, 无气味。

确认试验 本品的乙醇溶液 (1 \rightarrow 10.000) 5 ml, 加对二甲基氨基肉桂醛试液 1 ml, 放置 1 小时, 液体呈橙红色。

熔 点 228~232° (第 1 法)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +87~+94° (干燥后, 0.5 g, 0.1 N 氢氧化钠液 50 ml, 100 mm)。

纯度试验 (1) 氯化物 本品 1.0 g 加水 50 ml, 煮沸 2 分钟, 冷后, 加水至 50 ml, 过滤。取滤液 15 ml 作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.047% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(2) 硫酸盐 取 (1) 的滤液 30 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.032% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(3) 重金属 取本品 1.0 g, 慢慢加热炭化。冷后, 加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴, 加热至白烟发生为止, 后在 450~500° 灼烧灰化。冷后, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物用盐酸 1 滴润湿, 加热水 10 ml 加温 2 分钟。冷后, 加酚酞试液 1 滴, 加氨水试液至液体呈微红色。然后加稀醋酸 2 ml, 必要时过滤, 残留物用水 10 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时按第 4 法操作, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 0.50 g 加硝酸镁-乙醇溶液 (1 \rightarrow 50) 10 ml, 点火烧去乙醇后慢慢加热, 然后在 450~500° 灼烧灰化。冷后, 残留物加稀盐酸 5 ml, 加温溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C 按方法进行试验, 其限度在 4 ppm 以下。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。

灼烧残分 0.20% 以下 (第 1 法, 1 g)。

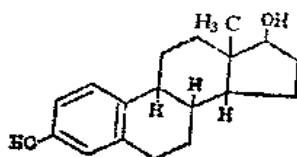
定量法 将本品干燥, 精确称量约 0.4 g, 放入通用塞烧瓶中, 准确加入 0.1 N 氢氧化钠液 30 ml, 塞好后摇荡混合溶解后, 用 0.1 N 盐酸滴定 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 24.431 mg C₁₆H₁₆N₂O₃S

C. 激 素 类

1. 雌 二 醇

Estradiol



C₁₈H₂₄O₂; 272.39

本品干燥定量时，雌二醇 (C₁₈H₂₄O₂) 的含量为 97.0~103.0%。

性 状

本品为白色的结晶或结晶性粉末，没有气味。

确认试验

(1) 4 mg 本品加 4 ml 硫酸溶解作为试验溶液。试验溶液呈黄绿色并发绿色荧光。在 2 ml 试验溶液中加入 2 ml 水时，颜色变淡。在 2 ml 该试验溶液中，加硫酸铁铵试液 1 滴时，溶液变深绿色，再加 5 ml 水时，变成红色。

(2) 在 0.05 g 对氨基苯磺酸中加入 2 ml 稀盐酸，加热溶解后用冰水冷却，一边振荡一边徐徐加亚硝酸钠试液 0.3 ml 成 A 溶液。将 1 mg 本品溶于 5 ml 氢氧化钾溶液 (1→10) 中成溶液 B。B 液加入 A 液时，液体呈深橙红色。

(3) 0.05 g 本品中加入氢氧化钠试液 8 ml，加热溶解后，在 5° 下冷却，边剧烈振荡边慢慢加乙醚及氯化苯甲酰等容量混合液 0.7 ml，一直振荡到氯化苯甲酰的气味消失。滤取生成的沉淀，用水洗到滤液成中性后，以 3 ml 乙醇为溶剂重结晶 2 次，在 105° 下干燥 1 小时后，测定其熔点 (第 1 法) 为 190~196°。

熔 点

173~179° (第 1 法)。

旋光度

[α]_D²⁰: +76~+83° (干燥后, 0.1 g, 二噁烷, 10 ml, 100 mm)。

纯度试验

(1) 雌二醇 3, 17 α 将本品 10.0 mg 及雌二醇标准品 10.0 mg 分别加苯溶解，并加苯至 200 ml，作为试验溶液及标准溶液。取试验溶液及标准溶液 2 ml，分别加入刻度试管中，加入沸石在水浴上加热蒸掉苯，用玻璃干燥器 (减压, 五氧化磷) 干燥 1 小时。再分别加稀铁酚试液 1.0 ml，将其在水浴上振荡加热 30 秒，再加热 2 分钟。然后用冰冷却 2 分钟后，加稀硫酸 (7→20) 4.0 ml 充分振荡，试验溶液的颜色要不大于标准溶液的颜色。

(2) 其他类固醇 在 10 mg 本品中加入 1.0 ml 乙醇溶解。用该液 10 μl 在薄板上点滴，以甲醇-苯混合液 (1:9) 为展开液按薄层色谱法进行试验，但展开距离为 120 mm。然后在薄板上喷甲醇-硫酸混合液 (3:7)，在 105° 下烘 10 分钟，此时仅看到单一的斑点。

干燥减量 0.5%以下 (0.5 g, 减压, 五氧化磷, 4小时)。

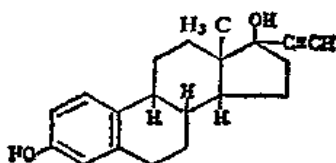
灼烧残分 0.5%以下 (第1法, 0.1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.05 g, 加无水乙醇溶解, 并加乙醇至 100 ml, 在 5 ml 该液中, 加无水乙醇至 50 ml。在层长 10 mm, 波长 280 nm 附近吸收量大, 并测其消光度 A。

$$\text{雌二醇 (C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{) 的量 (mg)} = \frac{A}{77} \times 10000$$

2. 乙炔基雌二醇

Ethinylestradiol



$\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$: 296.41

本品干燥后定量时, 乙炔基雌二醇 ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$) 含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色~微黄色的结晶或结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 本品 2 mg 加乙醇及硫酸等容量的混合液 1 ml 溶解, 此时溶液带紫红色并发黄绿色的荧光, 小心向该溶液加 2 ml 水时, 溶液变红紫色。

(2) 将 0.02 g 本品放入带塞子的试管中, 加 10 ml 氢氧化钾溶液 (1→20) 溶解, 再加氯化苯甲酰 0.1 g 振摇混合, 滤取生成的沉淀, 以甲醇为溶剂进行重结晶, 用玻璃干燥器 (减压, 五氧化磷) 干燥后, 测其熔点 (第1法) 为 200~202°。

熔点 180~186° 或 142~146° (第1法)。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -26°~-31° (干燥后, 0.1 g, 吡啶, 25 ml, 200 mm)。

纯度试验 其他类固醇 适用雌二醇的纯度试验 (2)。

干燥减量 0.5%以下 (0.5 g, 减压, 五氧化二磷, 4小时)。

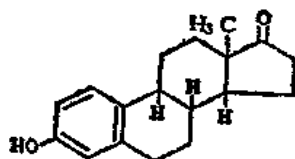
灼烧残分 0.5%以下 (第1法, 0.5 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.2 g, 加四氢呋喃溶解, 加硝酸银溶液 (1→20) 10 ml, 用 0.1 N 氢氧化钠溶液进行电位滴定。用同样的方法做空白试验校正。

0.1 N 氢氧化钠溶液 1 ml = 29.641 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$

3. 雌 酮

Estrone



$C_{18}H_{22}O_2$: 270.37

本品干燥后定量时，雌酮 ($C_{18}H_{22}O_2$) 的含量应为 96.0~104.0%。

性 状

本品为白色~微黄色小结晶或结晶性粉末，没有气味。

确认试验

(1) 在 0.05 g 本品中加 2 ml 丙酮及 4 ml 氢氧化钠试液溶解后，再加氯化苯甲酰 0.5 g 剧烈振荡。滤取生成的沉淀，用水洗涤到洗液呈中性后，以丙酮为溶剂重结晶 2 次，测定熔点 (第 1 法) 应为 215~222°。

(2) 在 0.05 g 本品中加 0.05 g 盐酸羟胺，再加 10 ml 乙醇溶解。加 1 ml 冰醋酸，装好回流冷凝器煮沸 5 小时后，加水 10 ml，滤取生成的沉淀。以乙醇为溶剂重结晶 2 次，测定其熔点 (第 1 法) 应为 229~233°。

熔 点

254~262° (第 1 法)。

旋光度

$[\alpha]_D^{20}$: +155~+166° (干燥后, 0.1 g, 二噁烷, 10 ml, 100 mm)。

纯度试验

其他类固醇 适用雌二醇纯度试验 (2)。

干燥减量

0.5% 以下 (0.5 g, 减压, 五氧化二磷, 4 小时)。

灼烧残分

0.5% 以下 (第 1 法, 0.1 g)。

定 量 法

适用雌二醇的定量法。

$$\text{雌酮}(C_{18}H_{22}O_2)\text{的量(mg)} = \frac{A}{80} \times 10000$$

D. 酶 类

1. 含糖胃蛋白酶

Saccharated Pepsin

本品为从猪或牛的胃粘膜中取得的胃蛋白酶，与乳糖混合而得的产物。

性 状

本品为白色的粉末，稍有特异的气味。

纯度试验

(1) 变败性物质 本品没有不快的气味或变败的气味。

(2) 酸 取本品 0.50 g 加 50 ml 水溶解，加 0.1 N 氢氧化钠液 0.50 ml 和酚酞试液 2 滴时，液体呈红色。

干燥减量

1.0% 以下 (1 g, 80°, 8 小时)。

灼烧残分 0.5%以下(第1法, 1g)。

蛋白消化力 (1) 三氯醋酸溶液 取三氯醋酸 7.20 g 溶于水配成 100 ml。

(2) 酪蛋白溶液 称取用牛乳制的酪蛋白 0.30 g, 加 0.05 N 盐酸试液 40 ml, 在 70°加温溶解, 冷后, 加水配成 50 ml, 在 40°加温后使用。此溶液在使用时调制。

(3) 操作法 正确分别称量本品 0.100 g 和含糖胃蛋白酶标准品, 标准品按指示量称取。各个加 0.01 N 盐酸试液溶解并配成 50 ml, 作为试验溶液和标准液。分别正确量取试验溶液和标准液各 1 ml, 在 40±1°放置 5 分钟后, 各加酪蛋白溶液 5.0 ml, 立即振荡混合。这些液体在 40±1°正确放置 30 分钟, 加三氯醋酸溶液 5.0 ml 并振荡混合, 再次在 40±2°放置 30 分钟后过滤。各个正确量取滤液 2 ml, 各加无水碳酸钠溶液 (3→50) 5 ml 和稀释的福林试液 (1→3) 1.0 ml, 在 40±2°放置 20 分钟后, 将这些液体在波长 660 nm 测定吸光度 A_1 和 A_2 。另外, 分别取试验溶液和标准液各 1 ml 正确量取, 各加三氯醋酸溶液 5.0 ml 并振荡混合, 然后各加酪蛋白溶液 5.0 ml, 在 40±2°放置 30 分钟, 以下按同样的操作测定吸光度 A_3 和 A_4 时, ($A_1 - A_3$) 的值不小于 ($A_2 - A_4$)。

2. 氯化溶菌酶

Lysozyme Chloride

本品为从蛋白中得到的盐基性多肽, 是具有分解粘多糖作用的酶。将本品干燥后定量时, 含氮 (N: 14.01) 为 15~18%, 或者 1 mg 本品中含氯化溶菌酶 0.8 mg (力价) 以上。

性 状 本品为白色的结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 在 5 ml 本品水溶液 (1→100) 中, 加茚三酮试液 1 ml, 加热 3 分钟, 此时液体呈紫红色。

(2) 本品的水溶液 (1→100), 呈氯化物的定性反应。

(3) 在 0.01 g 本品中, 加 pH 为 5.5 的醋酸-醋酸钠缓冲液溶解并加至 100 ml。该溶液在波长 280±2 nm 处有最大吸收峰。

pH 在 1.5 g 本品中, 加新煮沸冷却的去离子水 100 ml 溶解, 该液的 pH 值为 3.0~5.0。

纯度试验 (1) 溶状 0.15 g 本品加水 10 ml 溶解, 此时该液的浊度要小于下面的比较液。

比较液: 在 6 ml 浊度标准中加水至 20 ml, 再加稀硝酸 (1→3) 1 ml、糊精溶液 (1→50) 0.2 ml 及硝酸银试液 1 ml, 放置 15 分钟。

(2) 氮 将本品干燥, 精确称取约 0.15 g, 加水溶解并准确加至 100 ml。然后准确将 10 ml 该液加入凯氏烧瓶中, 根据氮定量法 (第1法) 进行试验。

0.01 N 硫酸 1 ml = 0.14010 mg N

干燥减量 10.0%以下 (1 g, 减压, 硅胶, 2 小时)。

灼烧残分 3.0%以下 (第 1 法, 0.5 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取 0.05 g, 准确加 pH 为 6.2 的磷酸盐缓冲液至 100 ml。准确取该液 2 ml, 再准确地加 pH 为 6.2 的磷酸盐缓冲液至 100 ml。然后再准确取这种溶液 2 ml, 准确地加 pH 为 6.2 的磷酸盐缓冲液至 50 ml, 以此作为试验溶液。

另外将溶菌酶干燥, 精确称取约 0.05 g, 把与试验溶液同样操作得到的液体作为标准溶液。

每次准确量取氯化溶菌酶定量用基质液 3 ml 分别加入 3 支试管中, 在 35°下温热 3 分钟, 然后将预先在 35°下温热好的试验溶液、标准溶液及 pH 为 6.2 的磷酸盐缓冲液, 每次准确量取 3 ml 分别加到前面的基质液中, 准确在 35°下放置 10 分钟后, 以水为对照在层长 10 mm, 波长 640 nm 处分别测定消光度 A_T 、 A_S 及 A_0 。同样, 将“准确量取氯化溶菌酶定量用基质液 3 ml”, 以下的操作重复 3 次, 取 3 次的平均值按下式进行计算。

$$1 \text{ mg 中的氯化溶菌酶量} [\text{mg}(\text{有效})] = \frac{\text{标准品的量} [\text{mg}(\text{有效})]}{\text{试样量} (\text{mg})} \times \frac{A_0 - A_T}{A_0 - A_S}$$

式中: A_T : 由试验溶液得到的消光度;

A_S : 由标准溶液得到的消光度;

A_0 : 由 pH 为 6.2 的磷酸盐缓冲液得的消光度。

3. 胰 酶

Pancreatin

本品主要是从食用兽猪的胰脏制取的产品, 是具有淀粉消化力, 蛋白质消化力和脂肪消化力的酶制剂。通常使用适当的赋形剂稀释。

性 状 本品为白色~淡黄色粉末, 有特异的气味。

纯度试验 (1) 变败 本品没有不快的或变败的气味。

(2) 脂肪 本品 1.0 g 加乙醚 20 ml, 时时摇动混合抽出 30 分钟后, 过滤, 用乙醚 10 ml 洗涤, 将滤液和洗液合并, 将乙醚蒸发, 残留物在 105°干燥 2 小时, 其量在 20 mg 以下。

干燥减量 4.0%以下 (1 g, 减压, 五氧化二磷, 24 小时)。

灼烧残分 5.0%以下 (第 1 法, 1 g)。

蛋白消化力 (1) 三氯醋酸溶液 取三氯醋酸 1.80 g 和无水醋酸钠 1.80 g 加 6 N 醋酸溶液 5.5 ml 和水溶解, 配成 100 ml。在 40°加温后使用。

(2) 酪蛋白溶液 事先将牛乳制的酪蛋白粉碎, 在干燥器中(硅胶)干燥至恒量为止。称取其 0.30 g, 加 0.05 M 磷酸一氢钠试液 40 ml, 在 40°加温溶解。冷后, 用稀氢氧化钠试液调整 pH 至 8.5, 加水配成 50 ml。在 40°加温

后使用。在使用时配制。

(3) 酪氨酸标准液 将酪氨酸标准品在 105° 干燥 3 小时, 正确称取其 0.160 g, 加 0.2 N 盐酸试液溶解, 配成正确 1000 ml。正确量取此液 10 ml, 用 0.2 N 盐酸试液加至正确 100 ml。在使用时配制。

(4) 操作法 本品 0.100 g 加冷水 100 ml, 冰冷并时时摇荡混合, 放置 1 小时后, 加水正确配成 200 ml, 作为试验溶液。量取试验溶液正确量 1 ml, 于 $40 \pm 1^{\circ}$ 放置 5 分钟后, 加酪蛋白溶液 5.0 ml, 立即摇动混合。此液在 $40 \pm 1^{\circ}$ 正确放置 10 分钟, 加三氯醋酸溶液 5.0 ml 摇动混合, 再在 $40 \pm 2^{\circ}$ 放置 30 分钟后, 用玻璃过滤器(G 3)抽吸过滤。正确量取滤液 2 ml, 加无水碳酸钠溶液(3→50)5.0 ml 和稀释费林试液(1→3)1.0 ml, 在 $40 \pm 2^{\circ}$ 放置 20 分钟后, 对于此液, 在波长 660 nm 测定吸光度 A_1 。另外正确量取试验溶液 1 ml, 加三氯醋酸溶液 5.0 ml 摇荡混合, 然后加酪蛋白溶液 5.0 ml, 在 $40 \pm 2^{\circ}$ 放置 30 分钟, 以后用同样的操作法测定吸光度 A_2 。

另外, 正确量取酪氨酸标准液 2 ml, 加无水碳酸钠溶液(3→50)5.0 ml 和稀释的福林试液(1→3)1.0 ml, 此后如试验溶液同样的操作, 测定吸光度 A_3 。另外还量取 0.2 N 盐酸试液 2 ml, 用同样的操作测定吸光度 A_4 。结果, $(A_1 - A_2)$ 应不比 $(A_3 - A_4)$ 小。

假使, 本品的溶液在冰室放置 1 日, 蛋白消化力有增大的场合, 这样处理的溶液也能使用。

淀粉消化力 事先精确称取马铃薯淀粉约 1 g, 在 105° 干燥 2 小时, 测定它的减量。然后再正确称取对应于此干燥物 5.00 g 的马铃薯淀粉, 与氯化钠 0.03 g 一起放入 200 ml 带塞的三角烧瓶中, 加 40° 的水 25 ml, 摇荡混合并慢慢加入热水 60 ml, 三角烧瓶口上放上一漏斗, 在水浴上加热 30 分钟后, 冷却至 $40 \pm 1^{\circ}$ 成为糊液。用无水磷酸一氢钠 3.0 g 和磷酸二氢钾 2.8 g 加水配成 250 ml 溶液, 取其 5 ml, 层积于此糊液之上。正确称取本品 10.0 mg 加入糊液中, 强烈摇荡混合 1 分钟, 在 $40 \pm 1^{\circ}$ 放置 1 小时后, 加氢氧化钠溶液(1→10)1 ml。转移至 100 ml 量瓶中。三角瓶用少量水洗涤, 洗液合并于量瓶。冷后, 加水配成 100 ml。正确取此液 15 ml, 事先正确量取淀粉消化力试验用的费林试液 40 ml, 加入加热沸腾的液中, 装好回流冷却器, 煮沸 10 分钟, 用水冷却后, 过滤。在滤液 5 ml 中加硫化钠试液 2 滴, 摇荡混合时, 液体不马上呈暗褐色, 此外, 还不产生沉淀。

E. 特殊添加剂

1. 酪 蛋 白

Casein

本品干燥物定量时, 氮(N: 14.01)含量为 14.7~16.0%。

性 状 本品为白色~淡黄色粒子、薄片或粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.1 g, 加氢氧化钠试液 10 ml 溶解, 加 6 N 醋酸至呈弱酸性时, 产生白色絮状沉淀。

(2) 本品 0.1 g, 加氢氧化钠试液 10 ml 溶解, 加硫酸铜试液 1 滴摇荡混合时, 产生蔚蓝色沉淀, 使液体呈紫色。

(3) 本品 0.1 g, 加水 5 ml 摇荡混合后, 加硝酸汞试液 10 滴和亚硝酸钠试液 1 滴, 在水浴中加热 3 分钟时, 膨润后的本品表面, 呈红褐色~红紫色。

(4) 本品 0.1 g 强热时发烟, 产生特异的气味。加热至发烟停止为止, 冷却。其黑色残留物加稀硝酸 5 ml, 加温后过滤。滤液加钼酸铵试液 1 ml 加温时, 产生黄色沉淀。

pH 本品 1.5 g, 加新煮沸的冷却水 30 ml, 摇荡混合 10 分钟, 过滤出来的滤液, pH 为 3.7~6.5。

纯度试验 (1) 溶状 本品干燥后, 研成微细的粉末, 取其 0.10 g, 加水 30 ml, 摇荡混合, 约放置 10 分钟, 加稀氢氧化钠试液 2 ml, 边加温边摇动, 加温 60° 1 小时, 冷后, 加水配成 100 ml 时, 其浊变在下述比较液之下。

比较液: 浊变标准液 6 ml 加水配成 20 ml, 于其中加入稀释硝酸(1→3)1 ml, 淀粉溶液(1→50) 0.2 ml 和硝酸银试液 1 ml, 放置 15 分钟。

(2) 水可溶物 本品 1.5 g 加水 30 ml, 摇荡混合 10 分钟后, 过滤。取滤液 20 ml, 在水浴上蒸发干涸, 于 105° 干燥至恒量时, 其限度在 1.0% 以下。

(3) 脂肪 精密称量本品约 2.5 g, 加稀释盐酸(27→40)15 ml, 用小火慢慢加热溶解后, 在水浴上加热 20 分钟。冷后, 加乙醇 10 ml, 转移至分液漏斗中, 加乙醚 25 ml 和石油醚 25 ml, 仔细摇荡混合后, 分取其上层液。再次用同样的操作法分取上层液, 将上层液合并, 使用已知重量的烧瓶并用干燥过的滤纸过滤。将滤液在水浴上加热, 馏去乙醚和石油醚。残留物在 98~100° 干燥 4 小时, 其限度在 1.5% 以下。

(4) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 取本品 2.5 g 于凯氏烧瓶中, 加硝酸 10 ml, 加热直至内容物变为流动状。冷后, 加硫酸 5 ml, 加热至液体呈褐色时, 冷却, 追加过氧化氢 5 ml, 加热, 此操作反复进行直至液体呈无色~淡黄色为止。再加热至发生白烟为止。

冷后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，再加热至产生白烟为止。冷后，加水配成 25 ml，以此作为试验溶液，采用装置 B 的方法，进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 12.0% 以下 (2 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 2.5% 以下 (第 1 法, 1 g, 干燥后)。

定量法 将本品干燥，精密称量其约 0.15 g，按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.1 N 硫酸 1 ml = 1.4007 mgN

2. 胆甾醇硬脂酸酯

Cholesteryl Stearate

$C_{45}H_{80}O_2$; 653.13

本品主成分为胆固醇的硬脂酸酯 ($C_{45}H_{80}O_2$)。

性 状
确认试验

本品为白色~淡黄色的结晶性粉末或蜡状物质，稍有特异的气味。

(1) 本品 0.5 g 加稀氢氧化钾-乙醇试液 5 ml，在水浴上时时摇动加热 20 分钟。将它冷却至室温时，有白色~黄白色的固体析出。分取此固体，其 0.02 g 加氯仿 1 ml 溶解，加硫酸 1 ml，振荡混合时，氯仿层呈红色，硫酸层发出绿色的荧光。

(2) 取本品 1 g 置于 250 ml 的烧瓶中，加稀氢氧化钠-乙醇试液 20 ml，装上回流冷却器，在水浴上摇动加热 30 分钟。放冷后将乙醇减压馏去，加温水 20 ml 使残留物溶解。于此，加甲基橙试液 2 滴，在加热的同时，用稀盐酸中和。放冷后加乙醚 30 ml 振荡混合，分取乙醚层。将乙醚抽出液用水 10 ml 洗涤后，加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后，用滤纸 (5 A) 过滤。将滤液在水浴上氮气流中加热将乙醚馏去。残留物加硫酸-甲醇溶液 (1→100) 20 ml，装好回流冷却器，屡屡摇动并加热 1 小时，冷后，加水 50 ml，用正己烷每次 20 ml 抽出 2 次，将正己烷抽出液合并，用水每次 20 ml 洗涤，直至洗液中滴下甲基橙试液 5 滴不呈红色为止。将正己烷抽出液移至于干燥过的容器，加无水硫酸钠 2 g 好好摇混，放置 30 分钟后过滤。滤液置水浴上在氮气流下加热将己烷馏去。残留物 0.05 g 加苯 0.5 ml 溶解，作为试验溶液。另外取气相色谱用硬脂酸甲酯 0.05 g 加苯 0.5 ml 溶解作为标准溶液。取试验溶液和标准溶液 0.5~2 μ l，采用如下操作条件进行气相色谱法试验时，除去溶剂的峰以外，试验溶液的主要的峰之一，与标准溶液的主要的峰一致。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离柱：内径 2~3 mm，长度 1~3 m，用子填充的 177~250 μ m 的气相色谱用硅藻土，用酸洗和二甲基氯硅烷处理，用 5% 比例的二氰基丙基聚硅氧烷被覆后填充。

分离柱温度：150→250°。

升温速度：每分钟 2° 。

载体气体及流量：氮，每分钟约 60 ml 的一定量。

熔 点 65~75° (第 2 法)。

酸 价 2 以下 (第 1 法, 2 g)。

皂 化 价 80~95。

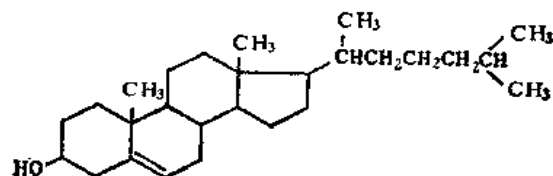
纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法调制试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

灼烧残分 1.0% 以下 (第 1 法, 1 g)。

3. 胆 固 醇

Cholesterol



$C_{27}H_{46}O$, 386.67

性 状 本品为白色有光泽的薄片状结晶或粒状结晶, 几乎没有气味。

确认试验 (1) 本品 0.01 g 加氯仿 1 ml 溶解, 加硫酸 1 ml, 振荡混合时, 氯仿层呈红色, 硫酸层发出绿色荧光。

(2) 本品 5 mg 加氯仿 2 ml 溶解, 加醋酐 1 ml 和硫酸 1 滴, 摇动混合时, 液体呈红色, 很快变蓝色, 然后变为绿色。

熔 点 146~150° (第 1 法)。

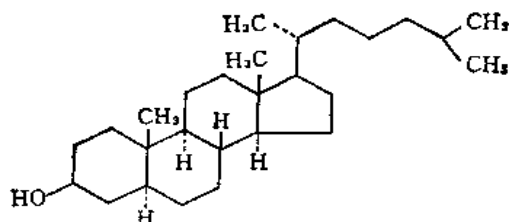
旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-34 \sim -38^{\circ}$ (干燥后, 0.2 g, 二噁烷, 10 ml, 100 mm)。

纯度试验 溶状 本品 0.5 g 置于通用塞烧瓶中, 加温乙醇 50 ml 溶解, 在室温放置 2 小时, 液体无沉淀或混浊。

干燥减量 0.3% 以下 (3 g, 105°, 2 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

4. 二氢胆固醇 Dihydro Cholesterol



$C_{27}H_{48}O$; 388.68

性 状 确认试验

本品干燥物定量时，二氢胆固醇($C_{27}H_{48}O$)的含量在 95.0% 以上。

本品为白色粉末，无气味。

(1) 本品的氯仿溶液(1→50)1 ml 小心平静层积于硫酸 2 ml 之上，其界面呈黄色。

(2) 本品 0.05 g 加乙醇 10 ml，加热溶解，加毛地黄皂苷试液 25 ml 时，产生沉淀。

(3) 取本品 1~2 mg 置于点滴板上，加硫酸 1 ml 时，液体呈黄色，不呈黄褐色~红褐色。

熔 点 碘 价

137~142° (第 1 法)。

3 以下。

纯度试验

(1) 重金属 取本品 2.0 g，细心在小火焰上加热炭化后，在 450~500° 灼烧灰化。残留物加盐酸 2 ml 和水 10 ml，在水浴上加温。冷后，加酚酞试液 1 滴，滴加氨试液至液体稍显红色为止。然后加稀醋酸 2 ml，过滤，残留物用水 10 ml 洗，将滤液和洗液合并，加水配成 50 ml。以此作为试验溶液，按第 2 法进行试验时，其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 本品 1.0 g，加硝酸镁-乙醇溶液(1→20)1 ml，小心用小火焰加热，然后在 450~500° 灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 10 ml，加温溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量

1.0 % 以下(1 g, 105°, 2 小时)。

定 量 法

将本品干燥，精密称量其约 0.05 g，加乙醇 10 ml，加温溶解。于此，加毛地黄皂苷试液 25 ml，装好回流冷却器，在 70° 加温 10 分钟。冷后，用已知重量的玻璃过滤器(IG 4)过滤，将烧瓶内的残留物用滤液完全转移至玻璃过滤器。用稀释的乙醇(1→5)20 ml 分数次洗涤沉淀，进一步用乙醇 20 ml 分数次洗涤沉淀。在 90° 干燥至恒重，测出析出物的重量。

二氢胆固醇($C_{27}H_{48}O$)的量(mg) = 析出物的量(mg) × 0.239

5. 植物甾醇

Phytosterol

本品为从植物油脂中抽提得到的甾醇,主要由 β -谷甾醇($C_{29}H_{50}O$; 414.71), 豆甾醇($C_{29}H_{48}O$; 412.70)和菜油甾醇($C_{28}H_{46}O$; 400.69)组成。

性 状 本品为白色结晶性粉末,几乎无气味。

确认试验 (1) 适用胆固醇的确认试验(1)和(2)。

(2) 取本品 0.3 g 和胆固醇 0.1 g, 加醋酐和吡啶的混合液(1:3)15 ml, 在水浴上加热 30 分钟后, 在减压下小心将溶媒馏去。残留物加丙醇 20 ml 溶解后, 取液体 3 μ l, 作为试验溶液, 按照如下条件进行气相色谱试验, 可以看出胆固醇以外的主要的三个峰。与胆固醇对照, 三个峰的相对保留时间各为 1.3, 1.4 和 1.6。

这里, 胆固醇的峰, 取用胆固醇 0.1 g, 用同样的操作得到的液体作为试液溶液, 用同样的操作条件按气相色谱法进行试验来确定。

操作条件

检出器: 氢焰离子化型检出器。

分离柱: 内径 3~4 mm, 长度 2~2.5 m 的柱, 管内装入 1.5% 的气相色谱用聚甲基硅氧烷(GE-SE 30)浸过的 177~250 μ m 的气相色谱用硅藻土。

分离柱温度: 245°。

载气及其流速: 氮气, 每分钟 30 ml。

熔 点 131~141° (第 1 法)。

酸 价 0.5 以下 (第 1 法, 10 g)。溶媒使用乙醇和乙醚的等容混合液 100 ml, 加温溶解, 趁热时滴定。

纯度试验 溶状 取本品 0.5 g 置于通用塞烧瓶中, 加入温乙醇 50 ml, 在水浴 60~70° 加温溶解, 在室温放置 2 小时, 液体不产生沉淀和混浊。

干燥减量 3.0% 以下 (3 g, 105°, 2 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

6. 蛋 黄 油

Egg Yolk Oil

本品为鸡(*Gallus gallus domesticus* Brisson)的蛋的蛋黄, 用有机溶剂萃取所得的脂肪油, 含有磷脂质。

性 状 本品为淡黄色~褐色的透明或不透明粘性物质, 稍有特异的气味。

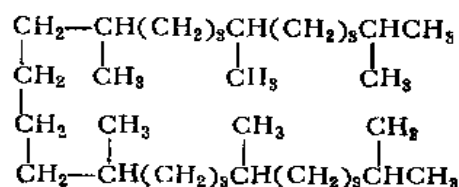
确认试验 (1) 本品 2 g 加石油醚 3 ml 溶解, 然后加丙酮 30 ml 时, 产生白色~淡黄色不溶物。

(2) 取本品 0.2 g, 用硫酸和硝酸湿式分解后, 在分解液中加水 10 ml 和钼

	酸铵试液 5 ml 时, 产生黄色沉淀。
酸 价	10.0 以下 (第 2 法, 2 g)。
皂 化 价	179~210。
碘 价	55~90。
不皂化物	6% 以下。
纯度试验	蛋白 本品 1.0 g 称量于内容 25 ml 的离心沉淀管中, 加正己烷 10 ml 溶解时澄明。若有不溶物存在, 则以每分钟 3000 转的转速离心分离 5 分钟, 除去上层清液后, 在离心沉淀管中加 5 ml 正己烷, 用玻璃棒使残留物和正己烷搅拌混合, 进行同样的操作 2 次后, 在减压下干燥, 残留物加水 1.0 ml 溶解, 加缩二脲 (Biurel) 试液 4.0 ml, 在室温放置 30 分钟时, 液体不呈蓝紫色~红紫色。

7. 角 鲨 烷

Squalane



$\text{C}_{30}\text{H}_{62}$: 422.82

本品为从蓝鲨 (*Centrophorus*) 或其它深海鲨鱼类肝油中取得的烃, 经加氢还原所得的饱和烃, 主成分为角鲨烷 ($\text{C}_{30}\text{H}_{62}$)。

性 状	本品为无色透明油液, 无气味, 无味。
相对密度	d_{4}^{20} : 0.807~0.810 (第 1 法)。
折光指数	n_D^{20} : 1.451~1.457。
酸 价	0.5 以下 (第 1 法, 30 g)。
冷却试验	本品在 -55° 不失其流动性。试验按照凝固点测定法进行。所用的温度计是低流动点用温度计, 玻璃制浴 D, 装入干冰和丙酮后冷却。
皂 化 价	0.5 以下。
碘 价	3.5 以下。

8. 大 豆 磷 脂

Soybean Phospholipid

本品为从大豆 [*Glycine max* Merrill (*Leguminosae*)] 中取得, 主要成分是磷脂质。

性 状	本品为淡黄色~褐色透明或半透明强粘性物质, 稍有特异的气味。
-----	--------------------------------

确认试验 (1) 将本品 1 g 溶于石油醚 5 ml, 加丙酮 15 ml 时, 生成白色~淡黄色不溶物。

(2) 将本品 1 g 置于克氏定氮烧瓶中, 加硫酸钾粉末 5 g、硫酸铜 0.5 g 和硫酸 20 ml, 在石棉网上小心加热, 待液体变为蓝色透明后, 再加热 2 小时, 冷后, 加水 20 ml, 取此液 5 ml, 加钼酸铵试液 10 ml 加热时, 生成黄色沉淀。

(3) 本品 0.5 g 加稀释盐酸 (1→2) 5 ml, 在水浴上加热 2 小时后, 过滤。取此液 10 μ l, 在薄层板上作斑点, 展开用溶媒使用 (65:25:6) 的氯仿、甲醇和水的混合液, 进行薄层色谱法试验时, 对照液采用与试料相同的操作, 可以看出相对应的红橙色斑点。风干后, 用德拉根道夫试液喷雾呈色, 在自然光下观察。对照液用胆碱盐酸盐 0.1 g 溶于水成 20 ml, 取此液 0.01 ml 使用。

酸 价 40 以下 (第 2 法, 2 g)。溶于石油醚 50 ml 后, 加乙醇 50 ml。

纯度试验 (1) 苯不溶物 精确称取本品约 10 g, 加苯 100 ml 溶解, 用已知重量的坩埚形玻璃过滤器 (1 G 4) 过滤, 残留物用苯 25 ml 洗 2 次, 在 105°干燥 1 小时, 称取其重量, 其限度为 0.3% 以下。

(2) 丙酮可溶物 精确称取本品约 2 g 置于刻度 50 ml 的通用塞离心沉淀管中, 加石油醚 3 ml 溶解, 加丙酮 15 ml, 振荡混合后, 在冰水中放置 15 分钟, 加入预先冷却至 0~5°的丙酮至 50 ml。振荡混合, 在冰水中放置 15 分钟后, 以每分钟 3000 转的速度离心分离 10 分钟。将上层液取于重量已知的烧瓶中。通用塞离心沉淀管中的残留物加冷却至 0~5°的丙酮至 50 ml, 在冰水中冷却并振荡混合后, 同样进行离心分离, 上层液与前面的上层液合并, 在水浴上馏去溶媒, 残留物在 105°干燥 1 小时, 称量, 其限度在 40% 以下。

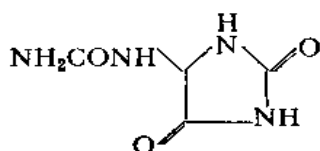
(3) 重金属 本品 1.0 g 加氢氧化钠试液 5 ml, 在水浴上蒸发干涸后, 慢慢加热务必在低温下灰化。冷后, 加硝酸 1 ml, 慢慢加热, 在 450~500°加热 1 小时。冷后残留物加盐酸 1 ml 和硝酸 0.5 ml, 在水浴上蒸发干涸, 加稀盐酸 1 ml 和水 15 ml 加热溶解, 滴加氨水试液至呈微碱性为止, 加稀醋酸至呈微酸性, 再加醋酸 2 ml, 必要时过滤, 加水至 50 ml。以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 本品 4.0 g 置于石英或瓷的容器中, 加氢氧化钠试液 40 ml 和水 20 ml, 在水浴上加热 1 小时后, 加稀硫酸 30 ml, 冷后, 转移于分液漏斗中, 加乙醚 30 ml, 强力振荡混合, 取其水层, 加水至 100 ml。取此液 25 ml, 作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 2.0% 以下 (3 g, 105°, 1 小时)。在 70~80°和海砂 15 g 混合, 在 105°干燥。

9. 尿 囊 素

Allantoin



$C_4H_6N_4O_3$; 158.12

本品干燥定量时,尿囊素($C_4H_6N_4O_3$)含量在98.0%以上。

性 状

本品为无色~白色结晶性粉末,没有任何气味。

确认试验

(1) 在0.2 g本品中,加热水30 ml溶解,并急骤冷却。在1 ml该溶液中,加硝酸汞试液2滴,即产生白色沉淀,再加过量的硝酸汞试液时,沉淀则溶解。

(2) 在0.2 g本品中,加稀盐酸10 ml,煮沸5分钟,加盐酸苯肼溶液(1→100)10 ml并冷却,加铁氰化钾试液0.5 ml及盐酸1 ml时,溶液呈现红色。

熔 点

220~238°(第1法)。

纯度试验

(1) 氯化物 在1.5 g本品中,加热水40 ml溶解,加稀硝酸6 ml并加水至50 ml。以此作试验溶液加热进行试验时,其允许范围是0.006%以下。用0.01 N盐酸0.25 ml,同样加热进行比较。

(2) 硫酸盐 在1.2 g本品中,加热水45 ml进行溶解,加稀盐酸1 ml并加水至50 ml,以此作试验溶液,加热按第4法进行试验时,其允许范围在20 ppm以下。比较液采用2.0 ml铅标准溶液,用同样方法加热进行比较。

干燥减量

0.2%以下(2 g, 105°, 4小时)。

灼烧残分

0.10%以下(第1法, 2 g)。

定 量 法

将本品干燥,精确称取约0.35 g,按照氮定量法(第2法)进行试验。

0.1 N 硫酸 1 ml = 3.9529 mg $C_4H_6N_4O_3$

10. 甘草提取物

Glycyrrhiza Extract

本品是由甘草(*Glycyrrhiza glabra* Linne var)及其同属植物的根及茎浸出,浓缩而得到的提取物。

性 状

本品为褐色~黑褐色含水糖类样的粘性提取物,有特殊的气味及甜味。

确认试验

在1 g本品中加10 ml水溶解,加醋酸铅试液3 ml滤取沉淀。用10 ml稀乙醇洗涤,然后加水5 ml及盐酸3 ml进行蒸馏。在馏出液中加2,4-二硝基苯肼-乙醇试液2~3滴时,产生红色的沉淀。

- 纯度试验** (1) 不溶物 在 2.0 g 本品中加 18 ml 水溶解并进行过滤。取滤液 10 ml 加乙醇 5 ml 时, 液体澄清透明。
- (2) 重金属 将本品 0.30 g 灼烧灰化, 加 3 ml 稀盐酸加热后过滤, 每次用 5 ml 水洗残留物 2 次, 将洗液合并到滤液中, 用氨水调成中性, 必要时可过滤。加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml。以此作试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 100 ppm 以下。用 3.0 ml 铅标准液为比较液。

11. 硫酸软骨素钠 Sodium Chondroitin Sulfate

本品为从哺乳动物或鱼类软骨中抽提出来经精制而得的硫酸软骨素钠盐。本品干燥物定量时, 氮(N, 14.01)含量为 2.5~3.8%, 硫(S, 32.06)含量为 5.5~7.0%。

性状 本品为白色~淡黄白色粉末, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→100) 5 ml, 加盐酸吡啶黄素溶液 (1→200) 1 ml 时, 生成黄褐色沉淀。

(2) 本品的水溶液 (1→100) 5 ml, 加盐酸 1 ml, 在水浴上加热 10 分钟后, 冷却, 加氯化钡试液 1 ml 时, 生成白色沉淀。

(3) 本品的灼烧残留分, 呈钠盐的定性反应。

pH 本品 0.5 g 加新煮沸后冷却水 50 ml 溶解, 液体的 pH 为 5.0~7.0。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.1 g 加水 20 ml 溶解, 液体几乎澄明。

(2) 重金属 取本品 1.0 g 按灼烧残分试验法 (第 1 法) 灼烧灰化后, 加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取本品 2.5 g 加硝酸 10 ml 和硫酸 10 ml, 开始时慢慢加热, 然后, 加热至褐色烟雾不产生为止。如果液体还不是无色~微黄色, 则在冷后每次加硝酸 2~3 ml, 屡屡加热和冷却, 直至液体变为无色~微黄色。冷后, 加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热至白烟发生为止。冷后, 加水至 25 ml, 作为试验溶液, 取试验溶液 10 ml, 采用装置 C 如法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 10.0%以下 (1 g, 105°, 4 小时)。

灼烧残分 23.0~31.0% (第 1 法, 1 g, 干燥后)。

定量法 (1) 氮 将本品干燥, 精确称量约 0.1 g, 按氮定量法 (第 1 法) 进行定量。
0.01 N 硫酸 1 ml = 0.1401 mgN

(2) 硫 将本品干燥, 精确称量约 0.5 g, 加水 30 ml 溶解, 加氯酸钾 5 g, 每次加少量硝酸后加热, 共加硝酸 30 ml, 加热蒸发至液体约至 5 ml 为止。冷后, 加盐酸 25 ml, 在水浴上浓缩至液体约为 5 ml。然后加水 100 ml, 用氨

水试液中和, 加 1 N 盐酸 5 ml, 煮沸, 加氯化钡试液 5 ml。将它在水浴上加热 2 小时, 滤取沉淀, 用水洗涤, 灼烧至恒重后, 称量后作为硫酸钡 (BaSO_4 ; 233.4) 的量。用同样方法进行空白试验以作修正。

硫(S)的量 (mg) = 硫酸钡 (BaSO_4) 的量 (mg) \times 0.1374

12. 烷基二氨基乙基甘氨酸氯化氢溶液

Alkyldiaminoethylglycine Hydrochloride Solution

本品是用 $[\text{RNHCH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{COOH}] \cdot \text{HCl}$ 式表示物质的水溶液, R 以 $\text{C}_{12}\text{H}_{23} \sim \text{C}_{14}\text{H}_{29}$ 为主。本品定量时, 应含烷基二胺基乙基甘氨酸 ($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{ClN}_3\text{O}_2$; 380.01) 为 27.0~33.0%。

性 状

本品为带黄色的粘性液体, 稍有特殊的气体。

确认试验

(1) 1 g 本品加 100 ml 水溶解, 以此作试验溶液。在 3 ml 试验溶液中加入 0.5 ml 稀硝酸时, 产生白色的沉淀, 在此液中补加 5 ml 乙醇时, 沉淀溶解。

(2) 在 3 ml (1) 的试验溶液中加入氯化汞试液 0.2 ml, 此时产生白色的沉淀, 该液中再补加 5 ml 乙醇时, 沉淀溶解。

(3) 在 5 ml (1) 的试验溶液中加入乙醇 5 ml, 该液呈氯化物的定性反应。

(4) 在 5 ml 本品水溶液 (1→30) 中, 加茚三酮试液 1 ml 煮沸时, 溶液呈蓝紫色。

pH

在 1.0 g 本品中加 30 ml 新煮沸冷却的去离子水溶解, 该液的 pH 为 6.0~9.0。

纯度试验

(1) 重金属 取本品 5.0 g, 慢慢加热炭化, 冷却后加硝酸 2 ml 及硫酸 5 滴, 小心加热至发生白烟。然后在 400~450°下灼烧灰化。冷却后, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸发干涸。用 3 滴盐酸湿润残留物, 加热水 10 ml 并加热 2 分钟, 然后加酚酞试液 1 滴, 再滴加氨水试液直到溶液呈微红色为止。加稀醋酸 2 ml, 必要的话进行过滤, 用 10 ml 水洗涤, 将洗液与滤液合并加水至 50 ml。以此作试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 5 ppm 以下。用 2.5 ml 铅标准液为比较液。

(2) 未反应胺 将本品 50 g 溶于 150 ml 水中, 并将该液移入蒸馏烧瓶中进行水蒸汽蒸馏。接取最初的 5 ml 馏出液, 该液中加入氯仿 1 ml 及氢氧化钾-乙醇试液 1 ml 并加热时, 不会产生异腈的气体。

定 量 法

精确称取本品约 3.3 g, 加 1 N 醋酸及 1 N 醋酸钠的等容量混合液 25 ml 溶解, 边振摇边准确加 0.05 mol/L 铁氰化钾液 50 ml, 充分摇匀, 在阴凉处放置 1 小时, 然后用干燥的滤纸过滤到碘量瓶中, 将沉淀用 100 ml 水充分洗涤, 洗液合并到滤液中, 再加碘化钾试液 10 ml 及稀盐酸 10 ml 摇匀放置 1 分钟, 然后加硫酸锌试液 15 ml, 充分摇匀放置 5 分钟后, 游离碘用硫代硫酸钠液进行滴定 (指示剂: 淀粉试液 2 ml)。用同样的方法做空白试验。

0.05 mol/L 铁氰化钾液 1 ml = 38.001 mg $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{ClN}_3\text{O}_4$

(四) 颜料和色素

A. 颜 料

1. 铝 粉

Aluminium Powder

本品为铝金属坯料被覆油脂薄膜经加工粉碎所得之粉末。

性 状 本品为银色~银灰色的粉末，稍有特异的气味。遇到湿气有氢气产生。

确认试验 将稀释盐酸 (1→2) 20 ml 置水浴上加热，小心慢慢加入本品 0.2 g，随着氢气的发生而溶解。冷后，其过滤液呈现铝盐的定性反应。

纯度试验 (1) 液性 本品 1.0 g 加水 10 ml，振荡混合 5 分钟后过滤，其滤液呈中性反应。

(2) 石油醚可溶物 将稀释盐酸 (1→2) 100 ml 在水浴上加热，小心慢慢加入本品 2.0 g，待溶解后，加入硝酸 2~3 滴。冷后，将液体移转于分液漏斗，加石油醚 80 ml，振荡混合。随后，分取石油醚层，用水仔细洗涤后过滤。然后将石油醚在水浴上馏去，于 105° 干燥 1 小时后，称量时其限度在 60 mg 以下。

(3) 重金属 取本品 0.5 g，小心加入加温过的稀盐酸 20 ml，溶解后过滤。滤液中滴入酚酞试液 1 滴，用氨试液滴加至液体变为微红色，加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml，以此作为试验溶液，按第 1 法进行试验时，其限度为 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 1.5 ml。

(4) 铅 取本品 0.50 g，小心加入加温过的稀盐酸 20 ml，溶解后过滤。滤液加水配成 50 ml，取其 25 ml 作为试验溶液，进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。这里，使用柠檬酸铵试液 15 ml。

(5) 砷 取本品 1.0 g 置于聚四氟乙烯或聚氯乙烯制的烧杯中，加水 10 ml，在冰水中冷却至 10° 以下。加入用同样方法冷却的氢氧化钠溶液 (1→5) 10 ml，盖上表面皿。待气体的发生停止后，加高锰酸钾溶液 (1→25) 1 ml，边冷却边加盐酸 20 ml 和水配成 50 ml。取其 20 ml 作为试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

2. 氧 化 铬

Chromium Oxide

本品主成分为三氧化二铬 (Cr_2O_3)。本品干燥物定量时，三氧化二铬 (Cr_2O_3)

151.99) 含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为暗绿色粉末, 无气味。

确认试验 (1) 取本品 0.2 g 和无水碳酸钠 1 g 及无水碳酸钾 1.5 g 混合, 在铂坩埚或镍坩埚中加热溶解。冷后, 将溶解物用热水 50 ml 转移到烧杯中, 作为试验溶液。取试验溶液 5 ml, 加醋酸至呈酸性, 加醋酸铅试液 2 ml 时, 产生黄色沉淀。

(2) 取 (1) 的试验溶液 5 ml, 加硫酸至呈酸性, 再加稀释硫酸 (1→2) 0.5 ml, 乙醚 2 ml 和浓过氧化氢 3 滴, 马上振荡混合后静置, 乙醚层呈现蓝紫色。

纯度试验 (1) 水可溶物 0.5% 以下。

(2) 铅 适用氧化铁黄的纯度试验 (1)。其限度为 30 ppm 以下。

(3) 砷 本品 1.0 g 加水 10 ml 和盐酸 20 ml, 在水浴上加热浓缩。然后加水 60 ml, 搅拌混合后过滤, 残留物用水洗 3 次, 每次用水 5 ml。将洗液和滤液合并, 加水至 100 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 20 ml, 采用装置 C, 如法进行试验, 其限度在 10 ppm 以下。

干燥减量 1.0% 以下 (2 g, 105°, 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称量约 0.2 g, 加稀硫酸 20 ml, 摇动混合使分散。加磷酸 1 ml 和溴酸钠溶液 (15→100) 5 ml, 盖上表面皿, 在砂浴上慢慢加热分解, 继续加热浓缩, 注意不要干涸, 使大部分硫酸白烟蒸出。冷后, 小心加水至 100 ml, 取此液 25 ml, 加浓过氧化氢 1 ml 和氢氧化钠溶液 (30→100) 5 ml, 再加水至 150 ml。在砂浴上慢慢浓缩至约 25 ml, 加水 150 ml 和盐酸 7 ml, 冷却, 然后加碘化钾 3 g, 立即密塞放冷暗处 15 分钟后, 用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定直至液体呈黄绿色 (指示剂: 淀粉试液 3 ml)。用同样方法进行空白试验以作修正。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 2.5332 mgCr₂O₃

3. 水合氧化铬

Hydrated Chromium Oxide

本品主成分为氧化氢氧化铬 [Cr₂O(OH)₄]。本品定量时, 三氧化二铬 (Cr₂O₃; 151.99) 含量在 65.0% 以上。

性 状 本品为蓝绿色粉末, 无气味。

确认试验 适用氧化铬的确认试验。

纯度试验 (1) 水可溶物 1.5% 以下。

(2) 水溶性铬 取 (1) 的滤液 5 ml, 按氧化铬的确认试验 (2) 进行试验时, 乙醚层不呈色。

(3) 铅 按氧化铁黄纯度试验 (1) 进行试验, 其限度在 30 ppm 以下。

(4) 砷 适用氧化铬的纯度试验 (3)。

定量法 适用氧化铬的定量法, 但是试料约取 0.3 g, 不进行干燥。

4. 氧氯化铋 Bismuth Oxychloride

BiOCl ; 260.43

本品干燥后定量时, 铋 (Bi; 208.98) 含量为 78.0~81.0%。

性 状

本品为白色~微黄灰色粉末, 没有气味。

确认试验

(1) 本品呈铋盐的定性反应。

(2) 在 0.1 g 本品中加稀硝酸 (1→2) 5 ml, 加热溶解, 该液呈氯化物的定性反应。

纯度试验

(1) 硝酸盐 在 0.20 g 本品加稀盐酸 (1→2) 2 ml 溶解, 加硫酸亚铁 0.1 g 充分摇匀, 之后慢慢加 1 ml 硫酸使其堆积成层, 此时交界面不产生暗褐色的轮带。

(2) 碳酸盐 在 3.0 g 本品中加热硝酸 3.0 ml 溶解, 此时溶液不起泡。

(3) 水可溶性铋 在 5.0 g 本品中, 加 50 ml 水搅拌 10 分钟过滤。取滤液 10 ml, 加稀硝酸调 pH 至 1.8, 再加硫脲溶液 (1→10) 2 ml, 此时液体不呈现黄色。

(4) 铅 在 0.20 g 本品中, 加稀盐酸 (2→3) 5 ml 溶解。将该液导入预先填装并通稀盐酸 (2→3) 50 ml 处理的 100~200 目 Cl 强碱阴离子交换树脂 (与 AGI-X 8 相当) 8 g 的柱子, 用约 1 ml/min 的速度流出, 舍弃这部分流出液。再用稀盐酸 (2→3) 10 ml 洗涤装试样的烧杯及柱壁, 用同样的速度流出。流出液的采集从这部分开始, 然后再用同样的速度推洗 60 ml 稀盐酸 (2→3)。将流出液在水浴上浓缩到约 10 ml, 以此作试验溶液进行试验, 其允许范围在 40 ppm 以下。

(5) 砷 在 0.40 g 本品中加硫酸 2 ml, 加热到产生白烟, 小心加水至 5 ml, 以此作试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 5 ppm 以下。

干燥减量

2.0% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定量法

将本品干燥, 精确称取约 1 g, 加 15 ml 硝酸溶解, 加水至 200 ml。取 20 ml 该液加水 50 ml, 用 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液滴定 (指示剂: 二甲酚橙试液 5 滴)。液体由紫红色变为黄色为滴定终点。

0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 1 ml = 4.180 mgBi

5. 二氧化锆 Zirconium Dioxide

ZrO_2 ; 123.22

本品为氢氧化锆煅烧而得的二氧化锆。本品干燥物定量时, 二氧化锆 (ZrO_2) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为白色微细粉末，无气味。

确认试验 (1) 取本品 0.2 g 加硫酸 2 ml 和硫酸铵 2 g，加热溶解。冷后，加温稀盐酸 5 ml，作为试验溶液。取试验溶液 2 ml，加 β -亚硝基 α -萘酚-乙醇溶液 (1→50) 3 滴，加温时，液体呈暗红色。

(2) 取 (1) 的试验溶液 2 ml，加水 5 ml 和扁桃酸溶液 (4→25) 2 ml，振荡混合时，产生白色沉淀。

纯度试验 (1) 液性 本品 1.0 g 加水 20 ml，振荡混合后过滤，滤液呈中性。

(2) 碳酸盐 本品 1.0 g 加水 5 ml 和盐酸 2 ml 时，不产生气泡。

(3) 氯化物 取本品 1.0 g 加氢氧化钠 5 g，慢慢加热，待气泡不产生后，在约 600° 灼烧 10 分钟，冷后，加水 40 ml，煮沸 10 分钟后过滤。滤纸上的残留物用水 10 ml 洗涤，将洗液与滤液合并，加水至 50 ml。取此液 25 ml，滴加稀释硝酸 (1→2) 中和 (指示剂：酚酞试液 2 滴)。以此作为试验溶液，进行试验时，其限度在 0.05% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.70 ml。

(4) 铁 取本品 1.0 g 加硫酸 10 ml 和硫酸铵 10 g，加热溶解。冷后，加水至准确 100 ml，过滤。开始的 15 ml 滤液弃舍后，取以后的滤液 10 ml，作为试验溶液。进行试验时，其限度为 0.05% 以下。比较液取用铁标准液 5.0 ml。

(5) 铅 本品 1.0 g 加稀释硝酸 (1→2) 20 ml，搅拌混合 30 分钟后，用滤纸过滤。滤纸上的残留物用水 20 ml 洗涤，将洗液与滤液合并，加水至 50 ml，取此液 20 ml，进行试验时，其限度为 20 ppm 以下。

(6) 砷 取本品 1.0 g 加硫酸 2 ml 和硝酸 10 ml，加热至发生白烟为止。冷后，小心加水 10 ml，过滤。滤纸上的残留物用水 10 ml 洗涤，将洗液与滤液合并，以此作为试验溶液，采用装置 C，如法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧减量 0.5% 以下 (干燥后, 1 g, 900°, 1 小时)。

定量法 将本品干燥，精确称取约 0.4 g，加硫酸 4 ml 和硫酸铵 4 g，加热溶解。冷后，小心加水溶解，煮沸 5 分钟后，用定量分析用滤纸过滤。滤纸上的残留物，用稀释温硫酸 (1→50) 50 ml 洗涤，将洗液与滤液合并，加酚酞试液 2 滴，用浓氨水滴加至液体呈红色，再过量加 1 ml，煮沸 5 分钟，冷后，用定量分析滤纸过滤，滤纸上的沉淀用稀释氨水溶液 (2→25) 20 ml 洗涤后，将沉淀转移于烧杯中，加盐酸 20 ml 并加热，使沉淀完全溶解，然后加水至 100 ml，加扁桃酸溶液 (4→25) 50 ml，在水浴上屡屡摇和加热 1 小时。冷后，用定量分析滤纸过滤，滤纸上的沉淀用扁桃酸溶液 (1→20) 20 ml，洗涤后，将沉淀与滤纸一起干燥，转移到重量已知的铂坩埚中，慢慢加热几乎灰化后，在 900° 灼烧 1 小时，在干燥器 (硅胶) 中放冷后，称取其重量，作为二氧化锆 (ZrO_2) 的量。

6. 二氧化钛

Titanium Dioxide

TiO_2 : 79.88

本品干燥物定量时, 二氧化钛 (TiO_2) 含量在 90.0% 以上。

性 状

本品为白色微细粉末, 无气味, 无味。

确认试验

(1) 液性 本品 1.0 g 加水 10 ml 振荡混合后过滤, 液体呈中性。

(2) 水可溶物 本品 4.0 g 加水 50 ml, 振荡混合放置 12 小时, 然后加氯化铵试液 2 ml, 振荡混合, 如果二氧化钛还未沉着, 则再加氯化铵试液 2 ml, 使二氧化钛沉着后, 加水至 200 ml, 振荡混合, 用双层滤纸过滤。开始的 10 ml 滤液弃除后, 取澄明的滤液 100 ml, 在水浴上蒸发干涸后, 灼烧至恒量为止, 残留物的量, 在 5 mg 以下。

(3) 铅 本品 1.0 g 加稀释硝酸 (1→2) 20 ml, 搅拌混合 30 分钟后, 用双层滤纸过滤。将滤液移于 50 ml 量瓶中, 加稀释硝酸 (1→2) 至准确 50 ml。取此液 20 ml 加氨水试液至呈碱性后, 在水浴上蒸发干涸。加稀释硝酸 (1→2) 10 ml 加温 10 分钟, 冷后用双层滤纸过滤。残留物用稀释硝酸 (1→2) 5 ml 和热水 15 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度在 50 ppm 以下。

(4) 砷 本品 0.20 g 加硫酸 1 ml 和硝酸 1 ml, 加热至产生白烟为止。冷后, 小心加水至 5 ml, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。

干燥减量

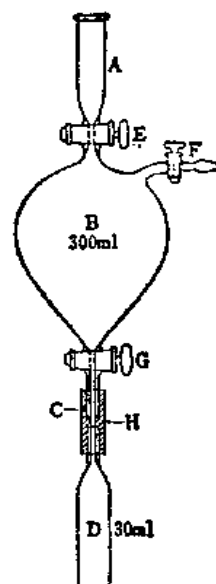
0.5% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

定量法

将本品干燥, 精确称取约 0.2 g, 置于 250 ml 烧杯中, 加硫酸 8 ml 和硫酸铵 5 g, 盖上表面皿, 开始慢慢加热, 然后升高温度加热溶解。冷后, 注意勿使液体温度超过 50°, 慢慢加水 80 ml, 放冷后作为试验溶液。

定量时, 采用如图所示的还原装置。

将还原装置的瓶 D 用水充满, 将它用橡皮管 H 和分液漏斗 B 的下端 C 连接, 从 A 处加入少量的水, 使玻璃旋塞 G 和 D 间的空气被水置换后, 关好 G, 从 A 处将液状锌汞齐 20 ml 和试验溶液倒入。从旋塞 F 处通入二氧化碳将 B 中的空气驱除后, 关闭旋塞 F 和 E, 强力振荡混合 15~20 分钟后静置。稍稍开启 G, 小心将 B 中的液状锌汞齐和 D 中的水置换后, 关闭 G, 将 H 卸下。将 B 中的液体用 0.1 N 硫酸铁铵液滴定 (指示剂: 硫氰酸铵饱和溶液 3 ml)。



还原装置

0.1 N 硫酸铁铵液 1 ml = 7.988 mgTiO₂

7. 氧化铁黄 Yellow Oxide of Iron

本品主要由氧化氢氧化铁[FeO(OH)]及氢氧化铁[Fe₂(OH)₃]组成。将本品干燥定量时,三氧化二铁(Fe₂O₃)的含量在80%以上。

性 状 本品为黄色~土黄色的粉末,没有气味。

确认试验 在0.1 g本品中加5 ml盐酸加热溶解,该液呈铁盐的定性反应(1)。

相对密度 d_{20}^{20} : 3.4~4.3 (第2法)。

纯度试验 (1) 铅 在0.30 g本品中加稀盐酸(1→2) 30 ml及硝酸1 ml加热溶解,在水浴上蒸发浓缩到约5 ml,加15 ml水过滤。将残留物每次用5 ml热水洗涤3次,洗液合并到滤液中加水至50 ml。将其中的25 ml作为试验溶液进行试验,其允许范围在40 ppm以下。

(2) 砷 在1.0 g本品中加水10 ml,在水浴上一边缓慢加热,一边每次少量的加盐酸10~20 ml溶解,再在水浴上加热浓缩,然后加水60 ml搅拌过滤。将残留物每次用5 ml水洗涤3次,洗液合并到滤液中并加水至100 ml,取该液20 ml于发生瓶中,在水浴上迅速加热到80°。加1 g盐酸羟胺后,放置10分钟,以此作试验溶液用装置C依法进行试验,其允许范围在10 ppm以下。但是不用氨水中和。

(3) 水可溶物 0.3%以下。

干燥减量 1.0%以下(2 g, 105°, 3小时)。

定量法 将本品干燥,精确称取约1 g,加盐酸30 ml,加热到不溶物都变为白色为止,之后加水至50 ml过滤。将残留物用50 ml水洗涤,洗液合并到滤液中加水至250 ml。取该液25 ml蒸发浓缩至10 ml,边加热边加氯化亚锡试液直到溶液变成无色,再加氯化亚锡试液1滴急骤冷却。该液中加氯化汞饱和溶液10 ml,然后加硫酸锰试液25 ml及水100 ml,用0.1 N的高锰酸钾液进行滴定。用同样的方法做空白试验进行校正。

0.1 N 高锰酸钾液 1 ml = 7.985 mgFe₂O₃

8. 三氧化二铁(氧化铁红) Red Oxide of Iron

本品主要成分为三氧化二铁(Fe₂O₃)。本品干燥物定量时,三氧化二铁(Fe₂O₃: 159.69)含量在90.0%以上。

性 状 本品为暗红色~赤褐色粉末,无气味。

确认试验 本品1.0 g加盐酸5 ml,加热溶解后的液体,呈铁盐的定性反应(1)。

纯度试验 (1) 铅 适用氧化铁黄的纯度试验(1)。

(2) 砷 适用氧化铁黄的纯度试验 (2)。

(3) 水可溶物 0.3%以下。

干燥减量 1.0%以下 (2 g, 105°, 3 小时)。

9. 氧化铁黑

Black Oxide of Iron

本品主要成分为四氧化三铁 (Fe_3O_4)。本品干燥物定量时, 四氧化三铁 (Fe_3O_4 ; 231.54) 含量在 90%以上。

性 状 本品为黑色粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品 0.1 g 加稀硫酸 10 ml, 加热溶解后的液体, 呈铁盐的定性反应 (3)。

(2) 在 (1) 的液体中, 加铁氰化钾试液 1 滴时, 产生蓝色沉淀, 追加稀盐酸时, 沉淀不溶。

纯度试验 (1) 水可溶物 0.3%以下。

(2) 液性 (1) 的滤液呈中性。

(3) 铅 适用氧化铁黄的纯度试验 (1)。

(4) 砷 适用氧化铁黄的纯度试验 (2)。

干燥减量 1.0%以下 (2 g, 硫酸, 4 小时)。

定量法 本品干燥后, 用氧化铁黄定量法定量。

0.1 N 高锰酸钾液 1 ml = 7.718 mg Fe_3O_4

10. 铁 蓝

Iron Blue

本品主要成分为亚铁氰化铁铵 ($\text{Fe}(\text{NH}_4)[\text{Fe}(\text{CN})_6]$; 285.84) 或亚铁氰化铁 ($\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$; 859.29) 或它们的混合物。

性 状 本品为蓝色~紫蓝色粉末, 无气味或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加氢氧化钠溶液 (2→100) 10 ml 加热时, 生成红褐色沉淀。冷后, 在其液体中加稀释盐酸 (1→10) 5 ml 时, 液体呈蓝色。

(2) 本品 0.5 g 加氢氧化钠溶液 (2→100) 10 ml 加热。冷后, 过滤, 滤液加硝酸银试液 5 ml 时, 液体变为白浊。

纯度试验 (1) 水可溶物 3.0%以下。

(2) 重金属 取本品 1.0 g 置于瓷皿中, 加王水 3 ml, 搅拌混合后, 在水浴上蒸发至干涸。残留物加 6 N 盐酸试液 5 ml, 搅拌混合后, 过滤。将瓷皿和残渣用 6 N 盐酸试液洗 2 次, 每次用 5 ml。将滤液和洗液合并转移至分液漏斗中, 用乙醚抽取 2 次, 每次用 40 ml, 再抽取 1 次用 20 ml。分出的水层加盐酸羟胺 0.05 g, 使其溶解, 在水浴中加热 10 分钟。冷后, 滴加浓氨

水调整液体的 pH 至 3~4, 加水配成 50 ml。以此作为试验溶液按第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液采用瓷皿, 取铅标准液 3.0 ml, 加王水 3 ml, 用同样的操作法处理比较液。

(3) 砷 取本品 0.4 g, 加稀盐酸 5 ml, 边好好摇荡混合, 边慢慢加热, 急速冷却后, 离心分离。残留物加稀盐酸 5 ml, 好好摇荡混合, 离心分离。进一步加水 10 ml, 用同样的操作法处理, 然后将全部抽出液合并, 在水浴上加热浓缩至 5 ml。以此作为试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。

干燥减量 4.0% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。

11. 群 青

Ultramarine

本品是由硫、硅酸铝和炭黑为原料制取的颜料。

性 状 本品为蓝色~紫蓝色的粉末, 无气味。

确认试验 本品 0.5 g, 加稀释盐酸 (1→10) 2 ml 时, 蓝色消失, 有硫化氢气味发生。

相对密度 d_{4}^{20} : 2.3~2.7 (第 2 法)。

纯度试验 (1) 铅 本品 1.0 g 加水 4 ml 和稀盐酸 6 ml, 煮沸 30 分钟, 随时补充其蒸发的水分, 然后蒸发干涸, 再在 100° 干燥 1 小时, 残留物加稀盐酸 10 ml 平静地煮沸 5 分钟后, 在滤纸上倾斜过滤。残留物再加稀盐酸 5 ml, 平静地煮沸 5 分钟后, 在前面的滤纸上倾斜过滤。将滤液合并, 作为试验溶液。进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。

(2) 砷 本品 0.2 g 加稀释硝酸 (2→3) 15 ml 和硫酸 2 ml, 加热 30 分钟, 冷后, 加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热至发生白烟为止, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。

(3) 水可溶物 精确称量本品约 2 g, 加水 40 ml, 用玻璃棒很好搅拌, 在水浴上加热 30 分钟, 冷后, 转移到 50 ml 量筒, 加水至 50 ml。将此液移至离心沉淀管, 以每分钟 3000 转速度离心分离 10 分钟, 上澄液用定量分析滤纸 (5 种 C) 过滤。弃除开始的 10 ml, 正确取 30 ml, 在水浴上蒸发干涸, 在 105° 干燥 1 小时, 置于干燥器 (硅胶) 中放冷后, 称重时其限度在 1% 以下。

干燥减量 2.5% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

12. 黄 赭 石

Yellow Ocher

本品天然产出, 主要成分为硅酸铝和氧化铁水合物组成。本品干燥物定量时, 三氧化二铁 (Fe_2O_3 : 159.69) 含量在 17.0% 以上。

性 状 本品为黄色~黄褐色粉末, 无气味。

确认试验 本品 0.1 g 加盐酸 5 ml, 加热后过滤, 其滤液呈铁盐的定性反应。

相对密度 d_{20}^{20} : 2.3~3.8 (第 2 法)。

纯度试验 (1) 铅 本品 0.30 g, 加稀释盐酸 (1→2) 30 ml 和硝酸 1 ml, 加热溶解, 在水浴上蒸发浓缩至约 5 ml, 加水 15 ml 后过滤。残留物每次用温水 5 ml 洗 3 次, 将洗液和滤液合并, 加水配成 50 ml。取其 25 ml 作为试验溶液, 试验进行时, 其限度在 50 ppm 以下。

(2) 砷 取本品 1.0 g 加水 10 ml, 在水浴上慢慢加温的同时, 每次加少量盐酸溶解约 10~20 ml, 然后在水浴上加热浓缩。浓缩物加水 60 ml, 搅拌过滤。残留物用水洗涤, 每次用水 5 ml 洗三次, 将洗液和滤液合并, 加水配成 100 ml。取此液 20 ml 置于发生瓶中, 在水浴上快速加热至 80°, 加盐酸羟胺 1 g 后, 放置 10 分钟, 以此作为试验溶液, 用装置 C 的方法进行试验时, 其限度在 100 ppm 以下。这里, 不用氨中和。

干燥减量 5.0% 以下 (2 g, 105°, 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 约取其 2.0 g 精确称量, 加盐酸 30 ml, 加热至不溶物几乎呈白色为止。然后加水至 50 ml, 过滤。残留物用水 50 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水配成 250 ml。取此液 25 ml, 蒸发浓缩至约 10 ml, 在加热的同时加四氯化锡试液至变为无色为止, 进一步加入四氯化锡 1 滴后急冷。为此溶液中加入氯化汞饱和溶液 10 ml, 然后再加硫酸锰试液 25 ml 和水 100 ml, 用 0.1 N 高锰酸钾液进行滴定。用同样的方法作空白试验进行修正。

0.1 N 高锰酸钾液 1 ml = 7.985 mgFe₂O₃

13. 卡 拉 明

Calamine

本品为含少量氧化铁的氧化锌。将本品灼烧后定量时, 氧化锌 (ZnO, 81.38) 的含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为淡红色~红色的粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 在 1 g 本品中加稀盐酸 10 ml 溶解, 用滤纸 (5 种 C) 过滤, 滤液呈锌盐的定性反应。

(2) 在 1 g 本品中加稀盐酸 10 ml 煮沸后过滤, 滤液中加硫氰酸铵试液 1~2 滴时, 溶液呈现红色。

纯度试验 (1) 碱 在 1.0 g 本品中加水 20 ml, 在水浴上加热 15 分钟后, 用滤纸 (5 种 C) 过滤。冷却后, 滤液中加酚酞试液 2 滴及 0.1 N 硫酸 0.30 ml 时, 溶液无色。

(2) 铅 在 1.0 g 本品中加水 30 ml, 边搅拌边加硝酸 10 ml, 在水浴上加热溶解, 冷却后加水至 50 ml。取该溶液 20 ml 作为试验溶液进行试验, 其

允许范围在 40 ppm 以下。但是, 使用柠檬酸铵试液为 5 ml, 氰化钾试液为 20 ml。

(3) 砷 在 1.0 g 本品加稀硫酸 10 ml 溶解并作为试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

灼烧减量 2.0% 以下 (2 g, 500°, 恒重)。

定量法 将本品灼烧在玻璃干燥器 (硅胶) 中冷却, 精确称取约 1.5 g, 加水 50 ml 及稀盐酸 (1→2) 20 ml, 加热溶解。若有不溶物加 3 滴硝酸让其完全溶解, 冷却后加水至 250 ml。取该液 25 ml, 加 pH 为 5.0 的醋酸-醋酸铵缓冲液 10 ml, 用稀氨水 (1→2) 调 pH₂ 至 5.0~5.5 以后, 加水至 250 ml, 然后用 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液进行滴定 (指示剂: 二甲酚橙试液 0.5 ml)。溶液变为黄色为滴定终点。

0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 1 ml = 4.069 mgZnO

14. 含 钛 云 母

Titanated Mica

本品为云母末以氧化钛作薄膜被覆处理所得的产物。

性 状 本品为白色~淡黄色或带红黄色的粉末, 没有气味或稍有特殊的气味。

确认试验 (1) 在 0.5 g 本品中加氢氧化钠 3 g 并加热 30 分钟, 冷却后加 50 ml 水溶解并过滤。在滤液中滴加稀盐酸到沉淀产生再溶解为止。在 10 ml 该溶液中加入钼酸铵试液 2 ml 及稀盐酸 (1→2) 2 ml, 此时溶液呈黄色, 在里面再加 5 ml 亚硫酸钠溶液 (15→100) 时, 溶液变成蓝色。

(2) 在 10 ml (1) 的滤液中加 3 ml 过氧化氢试液时, 溶液呈黄色。

(3) (1) 的滤液呈铵盐定性反应。

纯度试验 (1) 酸可溶物 1.5% 以下。

(2) 碳酸盐 1.0 g 本品中加 10 ml 水及 5 ml 盐酸时, 液体不起泡沫。

(3) 铁 取 5 ml (2) 的滤液作试验溶液, 依法进行试验时, 其允许范围在 0.02% 以下。用 2.0 ml 铁标准溶液为比较液。

(4) 铅 在 1.0 g 本品中加稀硝酸 (1→2) 20 ml, 振摇 30 分钟过滤。在滤液中加水至 50 ml, 取该液 20 ml 进行试验, 其允许范围在 30 ppm 以下。

(5) 砷 在 0.20 g 本品中加 1 ml 硫酸及 1 ml 硝酸, 加热到发生白烟。冷却后, 小心加水至 5 ml。以此作为试验溶液用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 10 ppm 以下。

灼烧减量 1.0% 以下 (1 g, 500°, 恒重)。

B. 色 素

1. 炭 黑

Carbon Black

本品是由天然气或液体碳氢化合物不完全燃烧或分解得到的炭素。

性 状 本品为黑色的粉末，没有气味。

确认试验 本品不溶于盐酸、硝酸及氢氧化钠试液，在空气中灼烧时，大体上就消失了。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.7~2.1 (第2法)。

纯度试验 (1) 铅 在 1.0 g 本品中加盐酸 20 ml 及溴液 5 ml，煮沸 5 分钟后过滤，将残留物用 50 ml 热水洗涤，洗液合并于滤液中蒸发干涸。再加 1 N 盐酸 1 ml，水 20 ml 及亚硫酸 5 ml。搅拌混匀过滤，将滤液煮沸驱除二氧化硫，冷却后加水至 50 ml。取该液 10 ml 作为试验溶液进行试验，其允许范围在 5 ppm 以下。

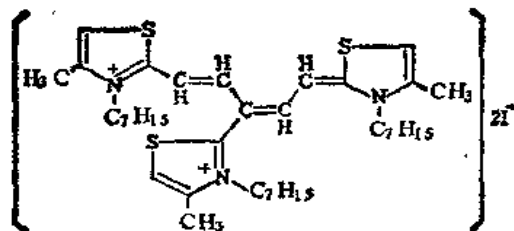
(2) 砷 在 1.0 g 本品中加硝酸 20 ml，加热浓缩至约 5 ml 冷却后加硫酸 5 ml 加热至产生白烟，加少量硝酸再加热到产生白烟。反复此操作直至加硝酸不发生红褐色气体为止。然后，加硝酸及过氯酸的等容量混合液 10 ml 加热到产生白烟，之后，再加硝酸及过氯酸的等容量混合液 5 ml 加热。如此反复操作直至溶液变成无色~微黄色为止。冷却后，加饱和草酸铵溶液 10 ml。再加热到产生白烟。如此反复操作 3 次后，冷却加水至 50 ml 作为试验溶液。取 20 ml 试验溶液，用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 5 ppm 以下。

(3) 水可溶物 0.5% 以下。

干燥减量 5.0% 以下 (1 g, 105°, 3 小时)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法, 1 g)。

2. 感光素 101 号

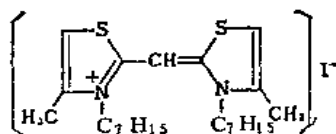


$C_{38}H_{61}I_2N_3S_3$; 909.91

- 本品干燥后定量时，感光素 101 号 ($C_{38}H_{61}I_2N_3S_3$) 含量在 97.0% 以上。
- 性 状** 本品为蓝绿色结晶性粉末，没有气味。
- 确认试验** (1) 在 0.1 g 本品中加甲醇 200 ml 溶解，取该液 1 ml 加甲醇至 100 ml。此液在波长 593 ± 2 nm 处有最大吸收峰。
(2) 在 0.1 g 本品中加硫酸 10 ml 溶解时，成为淡红色的液体。取该液 3 滴加水 5 ml，此时溶液变成紫色，然后变成紫红色。
- 熔 点** 202~206° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 在 1.0 g 本品中加甲醇 20 ml 加热溶解时，液体澄清透明并呈紫色。
(2) 液性 1.0 g 本品中加水 30 ml 及活性炭 2 g 摇匀过滤，其滤液呈中性。
(3) 砷 在 5 g 本品中加硫酸 10 ml 及硝酸 10 ml 缓缓加热，再不时每次补加硝酸 2~3 ml，继续加热到液体变成无色~微黄色为止。冷却后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热浓缩到产生白烟，冷却后，小心加水至 50 ml 作为试验溶液，取 10 ml 试验溶液。用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 2 ppm 以下。
(4) 重金属 在 20 ml (3) 的试验溶液中，加酚酞试液 1 滴，滴加浓氨水一直到溶液呈微红色为止。然后加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml。以此作试验溶液按第 4 法进行试验，其允许范围在 10 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1, 90°, 3 小时)。
- 灼烧残分** 0.20 % 以下 (第 1 法, 1 g)。
- 定 量 法** 将本品干燥，精确称取约 0.5 g 于 500 ml 的烧瓶中，加稀硫酸 (1→2) 50 ml 摇匀，再加高锰酸钾溶液 (1→15) 100 ml，加沸石 2~3 块，装好配套的空气冷凝器，小心煮沸 20 分钟，冷却后，用 25 ml 水将空气冷凝器及烧瓶上部的附着物洗入烧瓶中，每次加少量亚硫酸氢钠直至溶液的颜色消失。然后再滴加高锰酸钾溶液 (1→15)，加到溶液呈黄褐色，再滴加亚硫酸氢钠溶液 (1→100) 到液体颜色消失。之后将该液转移到 250 ml 的容量瓶中，用少量水把烧瓶洗 2~3 次，洗液加入容量瓶中并加水至 250 ml，以此作为试验溶液，取试验溶液 100 ml，于 500 ml 带塞烧瓶中，加盐酸 100 ml 及氯仿 10 ml，边剧烈振荡边用 0.01 mol/L 的碘酸钾液滴定，以氯仿层的紫红色退掉，5 分钟内不再呈紫红色为滴定终点。

0.01 mol/L 碘酸钾液 1 ml = 9.099 mg $C_{38}H_{61}I_2N_3S_3$

3. 感光素 201 号



$C_{23}H_{39}IN_2S_2$; 534.60

本品干燥后定量时, 感光素 201 号 ($C_{23}H_{39}IN_2S_2$) 含量在 97.0% 以上。

性 状

本品为黄色结晶性粉末, 没有气味。

确认试验

(1) 在 0.1 g 本品中加甲醇 200 ml 溶解, 取该液 1 ml 加甲醇至 100 ml。此液在波长 411 ± 2 nm 处有最大吸收峰。

(2) 在 0.1 g 本品中加硫酸 10 ml 溶解时, 变成淡红色的液体。取该液 3 滴加水 5 ml 时, 液体变成微黄色。

熔 点

224~228° (第 1 法)。

纯度试验

(1) 溶状 本品 1.0 g 中加乙醇 20 ml, 加热溶解时, 液体澄清透明并呈黄色。

(2) 液性 适用感光素 101 号的纯度试验 (2)。

(3) 砷 适用感光素 101 号的纯度试验 (3)。

(4) 重金属 适用感光素 101 号的纯度试验 (4)。

干燥减量

0.5% 以下 (1 g, 90°, 3 小时)。

灼烧残分

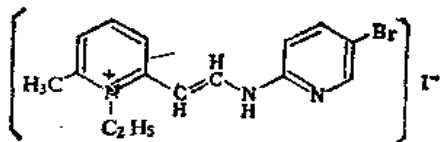
0.20 % 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法

适用感光素 101 号的定量法。

0.01 mol/L 碘酸钾液 1 ml = 10.692 mg $C_{23}H_{39}IN_2S_2$

4. 感光素 301 号



$C_{15}H_{17}BrIN_2$; 446.13

本品干燥后定量时, 感光素 301 号 ($C_{15}H_{17}BrIN_2$) 含量在 97.0% 以上。

性 状

本品为微黄色结晶性粉末, 没有气味。

确认试验

(1) 在 0.1 g 本品中加甲醇 200 ml 溶解, 取该液 1 ml 加甲醇至 100 ml。此液在波长 404 ± 2 nm 处有最大吸收峰。

(2) 在本品 0.1 g 中加硫酸 10 ml 溶解时, 变成红色的溶液。取该液 3 滴加水 5 ml 时, 溶液的颜色变成淡红色, 然后变成淡黄色。

熔 点 233~238° (第1法)。

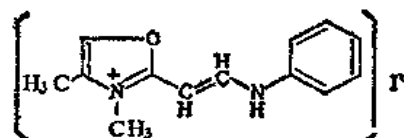
纯度试验 (1) 溶状 本品1.0 g中加甲醇20 ml加热溶解时, 液体澄清透明并呈黄色。
 (2) 液性 适用感光素101号的纯度试验(2)。
 (3) 砷 适用感光素101号的纯度试验(3)。
 (4) 重金属 适用感光素101号的纯度试验(4)。

干燥减量 0.5%以下(1 g, 90°, 3小时)。

灼烧残分 0.20%以下(第1法, 1 g)。

定 量 法 适用感光素101号的定量法。
 0.01 mol/L 碘酸钾液 1 ml = 8.923 mg C₁₅H₁₇BrIN₃

5. 感光素 401 号



C₁₈H₁₅IN₂O, 342.18

本品干燥后定量时, 感光素 401 号 (C₁₈H₁₅IN₂O) 含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为淡黄色结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 在 0.1 g 本品中加甲醇 200 ml 溶解, 取该液 1 ml 加甲醇至 100 ml。此液在波长 363±2 nm 处有最大吸收峰。
 (2) 在本品 0.1 g 中加硫酸 10 ml 溶解时, 变成微褐色的液体。取该液 3 滴加水 5 ml 时, 溶液的颜色变成黄色。

熔 点 227~232° (第1法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品1.0 g中加乙醇30 ml加热溶解时, 液体澄清透明并显黄色。
 (2) 液性 适用感光素101号的纯度试验(2)。
 (3) 砷 适用感光素101号的纯度试验(3)。
 (4) 重金属 适用感光素101号的纯度试验(4)。

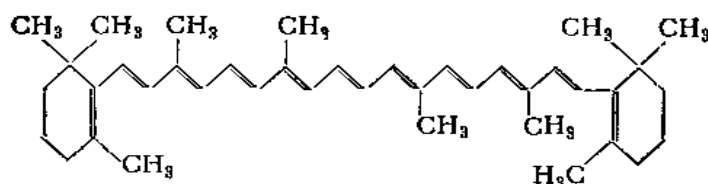
干燥减量 0.5%以下(1 g, 90°, 3小时)。

灼烧残分 0.20%以下(第1法, 1 g)。

定 量 法 适用感光素101号的定量法。
 0.01 mol/L 碘酸钾液 1 ml = 6.844 mg C₁₈H₁₅IN₂O

6. β -胡萝卜素

β -Carotene



$C_{40}H_{56}$; 536.88

本品干燥后定量时, β -胡萝卜素 ($C_{40}H_{56}$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为紫红色~暗红色结晶性粉末, 稍有特殊的气味和味道。

确认试验

(1) 在 0.01 g 本品中加氯仿 10 ml 溶解时, 成橙黄色的液体, 再加三氯化铋试液 1 ml 时, 液体的颜色变成蓝绿色。

(2) 本品的环己烷溶液 (1→300000) 在波长 455 ± 1 nm 及 483 ± 1 nm 处有最大吸收峰。

纯度试验

(1) 溶性 在 0.10 g 本品中加氯仿 10 ml 溶解时, 溶液澄清透明。

(2) 重金属 取本品 1.0 g, 允许用灼烧残渣分试验法 (第 1 法) 灼烧后, 加盐酸 1 ml 及硝酸 0.2 ml 在水浴上蒸发干涸。在残留物中加稀盐酸 1 ml 及水 15 ml 加热溶解。冷却后, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液直到溶液稍微变红为止。然后加稀醋酸 2 ml, 必要时可过滤, 再加水至 50 ml。以此作为试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。

(3) 砷 在 1.0 g 本品中加硫酸 5 ml 及硝酸 5 ml 加热, 再不时每次补加硝酸 2~3 ml, 继续加热到溶液变成无色~微黄色为止。冷却后, 加草酸铵溶液 15 ml, 加热到产生白烟并浓缩至 2~3 ml。冷却后, 小心加水至 10 ml, 以此作试验溶液用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

(4) 消光比 本品的环己烷溶液 (1→30000) 在 340 nm 及 362 nm 处的消光度分别为 A_1 、 A_2 , 本品的环乙烷溶液 (1→300000) 在 434 nm, 455 nm 及 483 nm 处的消光度分别为 A_3 、 A_4 及 A_5 , 此时 A_2/A_1 在 1 以上, A_4/A_1 在 1.45 以上, A_4/A_3 为 1.30~1.60, A_4/A_5 为 1.05~1.25。

干燥减量

1.0% 以下 (0.5 g, 减压, 硅胶, 4 小时)。

灼烧残渣

0.10% (第 1 法, 1 g)。

定量法

将本品干燥, 精确称取约 0.03 g, 加环己烷溶解并加至 100 ml。在 10 ml 该液中再加环己烷至 100 ml。然后再取此液 10 ml 加环己烷至 100 ml, 在层长 10 mm, 波长 455 nm 附近最大吸收处, 测定其消光度 A 。

$$\beta\text{-胡萝卜素 } (C_{40}H_{56}) \text{ 的量 (mg)} = \frac{A}{2.45} \times 100$$

7. 铜叶绿素钠

Sodium Copper Chlorophyllin

- 性 状** 本品为蓝黑色有色金属光泽的粉末，有胺样的气味。
- 确认试验** (1) 取本品的灼烧残留分 0.1 g 加稀盐酸 5 ml，在水浴上加热溶解。如液体不透明就过滤，加水至 5 ml，以此作为试验溶液，进行如下的试验。
- (i) 将试验溶液进行焰色反应的试验，开始为绿色然后呈黄色。
- (ii) 取试验溶液 5 ml，加二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液 (1→1000) 0.5 ml 时，产生褐色沉淀。
- (2) 本品的水溶液 (1→100000) 在波长 405 nm 和 630 nm 有极大吸收部，在 405 nm 的消光度与在 630 nm 的消光度之比为 3.7 ± 3 。
- pH** 本品水溶液 (1→100) pH 为 9.5~10.7。
- 比消光度** 将本品在 105°干燥，精确称取 0.1 g，加水溶解，成为 100 ml。取此液 1 ml，加 pH 7.5 的磷酸盐缓冲液成为 600 ml，在波长 405 nm 测定消光度时，比消光度在 508 以上。
- 纯度试验** (1) 砷 取本品 1.0 g 和无水碳酸钠 0.30 g 置于瓷坩埚中，加溴-溴化钾试液 1 ml，搅拌混合后，在水浴上蒸发干涸，然后加热至 400°至基本灰化。冷后，将残留物加溴-盐酸试液 2 ml 和水至 10 ml。取此液 5 ml 作为试验溶液，用装置 C，如法进行试验，其限度为 4 ppm 以下。
- (2) 盐基性焦油色素 本品水溶液 (1→200) 5 ml 加醋酸 1 ml 后，用乙醚萃取 3 次，每次用乙醚 5 ml，水层为无色。
- (3) 酸性焦油色素 本品水溶液 (1→300) 10 μl 在滤纸上作斑点，按滤纸色谱法第 2 法进行操作，展开用溶媒为 4:1:2 的正丁醇、冰醋酸和水的混合溶液，在自然光下，除了一个圆形的色素外见不到斑点。这里，滤纸使用色谱用滤纸 1 号，当展开用溶媒到达距滤纸中心约 5 cm 的距离时，停止展开。不用对照液。
- (4) 无机铁盐和无机铜盐 (3) 的滤纸用铁氰化钾溶液 (1→1000) 或二乙基二硫化氨基甲酸钠溶液 (1→1000) 喷雾时，不发生蓝色或淡褐色斑点。
- 干燥减量** 5.0% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。
- 灼烧残分** 37.0% 以下 (第 1 法, 1 g)。

(五) 收 敛 剂

1. 氯化 锌

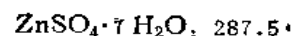
Zinc Chloride

ZnCl_2 ; 136.28

- 本品定量时，氯化锌 (ZnCl_2) 的含量在 95.0% 以上。
- 性 状** 本品为白色结晶性粉末、棒状或块状，没有气味。
- 确认试验** 本品的水溶液 (1→20) 呈锌盐及氯化物的定性反应。
- 纯度试验** (1) 硫酸盐 取本品 1.0 g 进行试验，其允许范围在 0.029% 以下。用 0.6 ml 10.01 N 硫酸为比较液。
- (2) 铵盐 在 0.5 g 本品中加 5 ml 水溶解，再加 10 ml 氢氧化钠溶液 (1→5)，加热时产生的气体，不会使润湿的红色石蕊试纸变蓝。
- (3) 重金属 在 0.5 g 本品中加 5 ml 水溶解，加 15 ml 氰化钾试液及硫化钠试液 1 滴充分振荡，用白色的背景从上方观察来比较溶液的颜色，其允许范围在 50 ppm 以下。比较液采用铅标准液 2.5 ml，水 3 ml，氯化钾试液 15 ml 及硫化钠试液 1 滴。
- (4) 碱土类金属或碱金属 在 2.0 g 本品中加 150 ml 水溶解，加硫化铵试液使沉淀完全并加水至 200 ml，充分振摇混合用干滤纸过滤。舍弃开始的 20 ml 滤液，接取后面的 100 ml 滤液，加硫酸 3 滴蒸发干涸，然后灼烧至恒重，残留物的量应在 10.0 mg 以下。
- (5) 砷 在 0.20 g 本品中加水至 10 ml，以此作试验溶液用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 10 ppm 以下。
- (6) 氯氧化物 在 0.25 g 本品中加水 5 ml 及乙醇 5 ml，轻轻摇匀，再加 0.3 ml 1 N 盐酸时，液体澄清透明。
- 定 量 法** 精确称取本品约 0.3 g，加稀盐酸 0.4 ml 及水溶解，再加水至 200 ml，取 25 ml 该液，加水 100 ml，加 pH 为 10.7 的氨-氯化铵缓冲液 2 ml，然后用 0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液滴定 (指示剂：络黑 T-氯化钠 0.05 g)。以溶液红色变成蓝色为滴定终点。
- 0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 1 ml = 1.3629 mg ZnCl_2

2. 硫 酸 锌

Zinc Sulfate



- 本品定量时，硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 含量在 99.0% 以上。
- 性 状** 本品为无色透明柱状或针状结晶，或为白色结晶性粉末，无气味，有收敛性金属味。
- 确认试验** 本品的水溶液 (1→20)，呈锌盐和硫酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 酸 本品 0.25 g 加新煮沸后冷却的水 5 ml 溶解，加甲基橙试液 1 滴时，液体不呈红色。
- (2) 碱土金属和碱金属 本品 2.0 g 加水 150 ml 溶解，加硫化铵试液使沉淀完全，加至 200 ml，摇荡混合，用干燥滤纸过滤。弃去开始的 20 ml 滤液，然后取滤液 100 ml，加硫酸 3 滴，蒸发至干涸，再灼烧至恒量为止，残

留物在 5 mg 以下。

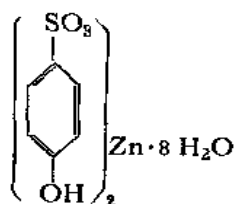
(3) 重金属 本品 0.5 g 加水 5 ml 溶解, 加氰化钾试液 10 ml 和硫化钠试液 1 滴, 振荡混合, 用白色背景从上面观察, 进行比色时, 其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 0.5 ml, 水 5 ml, 氰化钾试液 10 ml 和硫化钠试液 1 滴。

(4) 砷 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

定量法 精确称取本品约 0.3 g, 加水溶解成为 100 ml, 取此液 25 ml, 加水 100 ml 及 pH 10.7 的氨水-氯化铵缓冲液 2 ml, 用 0.01 mol/L EDTA 二钠液滴定(指示剂: 羊毛铬黑 T-氯化钠指示剂 50 mg)。滴定的终点为液体从红色变为蓝色时作为终点。

0.01 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 2.8754 mg ZnSO₄·7 H₂O

3. 对羟基苯磺酸锌 Zinc Paraphenol Sulfonate



C₁₂H₁₀O₈S₂Zn·8 H₂O; 555.83

本品定量时, 对羟基苯磺酸锌 (C₁₂H₁₀O₈S₂Zn·8 H₂O) 的含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色结晶。几乎无气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→10) 呈锌盐的定性反应。
(2) 本品的水溶液 (1→10) 2 ml, 加氯化铁试液 2 滴时, 液体呈紫色。
(3) 本品的乙醇溶液 (0.1→1000) 进行吸收光谱测定时, 在波长 274±2 nm 和 282±2 nm 处有极大吸收部。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸后的冷却水 40 ml, 液体的 pH 为 4.5~6.5。

纯度试验 (1) 砷 本品 2.0 g 加硫酸 2 ml 和硝酸 20 ml 加热至产生白烟后, 加尿素溶液 (1→10) 15 ml, 再加热至产生白烟为止。冷后, 加水至 25 ml, 以此作为试验溶液。取试验溶液 5 ml, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 5 ppm 以下。

(2) 铅 取 (1) 的试验溶液 10 ml, 进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。

定量法 精确称量本品约 1.5 g, 用水溶解成为 100 ml, 取此液 10 ml, 加 pH 10.70 的氨水-氯化铵缓冲液 2 ml 和水 100 ml, 搅拌混合使溶解。将此液用 0.01 mol/L EDTA 二钠液滴定(指示剂: 羊毛铬黑 T-氯化钠指示剂 50 mg)。滴定的终

点为液体从红色转变为蓝色。

0.01 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 5.558 mg $C_{12}H_{10}O_8S_2Zn \cdot 8H_2O$

4. 氯化铝

Aluminium Chloride

$AlCl_3 \cdot 6H_2O$: 241.43

本品定量时, 含氯化铝 ($AlCl_3 \cdot 6H_2O$) 在 97.0% 以上。

性 状 本品为白色~带黄白色的结晶性粉末, 没有气味或稍有特殊的气味。

确认试验 本品的水溶液 (1→20) 呈铝盐及氯化物的定性反应。

纯度试验 (1) 溶解性 在 1.0 g 本品中加水 20 ml 溶解时, 液体无色透明。

(2) 酸 在 2.0 g 本品中加水 30 ml 溶解, 加氟化钠试液 50 ml 放置 3 小时后过滤, 在 40 ml 滤液中加 0.6 ml 0.1 N 氢氧化钠时, 溶液呈红色。

(3) 硫酸盐 在 1.0 g 本品中加水 30 ml 溶解, 加乙醇 3 ml 及稀盐酸 1 ml, 再加水至 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 0.0096% 以下。用 0.20 ml 0.01 N 硫酸及 3 ml 乙醇混合后, 放置 30 分钟为比较液。

(4) 铅 1.0 g 本品中加 20 ml 水溶解, 经此作试验溶液进行试验, 其允许范围在 10 ppm 以下。但是, 柠檬酸铵溶液要加 5 ml。

(5) 砷 在 1.0 g 本品中加水 5 ml 溶解, 以此作试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

定 量 法 精确称取本品约 1 g, 加水溶解并加至 250 ml。取此液 25 ml, 加 0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 50 ml 煮沸 3 分钟。冷却后, 加 1 N 醋酸铵试液及稀醋酸等容量混合液 10 ml, 再加乙醇 85 ml, 用 0.01 mol/L 醋酸锌溶液滴定[指示剂: 双硫脲乙醇溶液 (1→4000) 3 ml]。以溶液的灰褐色变成红色为滴定终点。用同样的方法作空白试验。

0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠液 1 ml = 2.4143 mg $AlCl_3 \cdot 6H_2O$

5. 氯化羟铝

Aluminium hydroxychloride

本品为铝的氯化物经电解所得的配位化合物, 其一般组成为 $[Al_2(OH)_5]_n \cdot nCl \cdot 2 \sim 3H_2O$ 。本品干燥物定量时, 氧化铝 (Al_2O_3 : 101.96) 含量为 49.0~53.0%, 氯 (Cl: 35.45) 含量为 15.0~19.0%。

性 状 本品为白色粉末或白色半透明块状物, 无气味。

确认试验 本品的水溶液 (1→20) 呈铝盐和氯化物的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.10 g 加水 10 ml 溶解时, 液体为无色, 几乎是澄明的。

(2) 重金属 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml, 进行试验时其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 铁 本品 0.40 g 加水 20 ml 溶解, 加入稀硝酸 5 ml, 煮沸。冷后, 加水配成 45 ml, 以此作为试验溶液, 试验进行时, 其限度在 0.01% 以下。比较液取用铁标准液 4.0 ml。

(4) 砷 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 用装置 B 进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 20.0% 以下 (1 g, 115°, 2 小时)。

定量法 (1) 氧化铝 将本品干燥, 精密称量其约 1 g, 加水使完全溶解, 正确配成 500 ml。正确取此液 10 ml 加硝酸 1 ml 煮沸。冷后, 加 1 N 醋酸铵试液调至 pH 约为 3, 加入 0.01 mol/L EDTA 二钠液正确至 25 ml, 煮沸 5 分钟。冷后, 加 1 N 醋酸铵试液调整 pH 至 5~6, 用 0.01 mol/L 醋酸锌液滴定 (指示剂: 二甲酚橙试液 0.5 ml)。滴定的终点, 为液体从黄色变为红紫色的变化点。用同样的方法进行空白试验。

0.01 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 0.5098 mgAl₂O₃

(2) 氯 将本品干燥, 精密称取其约 0.25 g, 置于带塞的烧瓶中, 加水 50 ml 溶解, 振荡混合并加硝酸 3 ml 和硝基苯 3 ml 摇动混合。然后正确加入 0.1 N 硝酸银液 25 ml, 强烈振荡混合后, 过量的硝酸银用 0.1 N 硫氰酸铵液滴定 (指示剂: 硫酸铁铵试液 2 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 硝酸银液 1 ml = 3.54 mgCl

6. 二羟基尿囊素铝

Aluminium Dihydroxy Allantoinate

本品干燥定量时, 应含尿囊素 (C₄H₆N₄O₃; 158.12) 64.0~80.0% 及氧化铝 (Al₂O₃; 101.96) 20.0~27.0%。

性状 本品为白色结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 适用尿囊素特性试验 (2)。

(2) 取本品 0.2 g, 加稀盐酸 10 ml 加热溶解, 冷却后呈铵盐的定性反应。

纯度试验 铅 适用氯羟基尿囊素铝纯度试验 (2)。

干燥减量 4.0% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。

定量法 (1) 尿囊素 将本品干燥, 精确称取约 0.5 g, 按照氮定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.1 N 硫酸 1 ml = 3.9529 mgC₄H₆N₄O₃

(2) 氧化铝 适用氯羟基尿囊素铝定量法 (2)。

7. 氯羟基尿囊素铝

Aluminium Chlorohydroxy Allantoinate

将本品干燥定量时, 应含尿囊素 (C₄H₆N₄O₃; 158.12) 36.0~44.0% 及氧化

铝 (Al_2O_3 ; 101.96) 25.0~31.0%。

性 状 本品为白色粉末，没有气味，有收敛味。

确认试验 (1) 适用尿囊素特性试验 (2)。

(2) 0.2 g 本品加水 10 ml 加热溶解，冷却后溶液呈现铝盐及氯化物的定性反应。

纯度试验 (1) 溶性 在 0.10 g 本品中加水 10 ml，加热溶解时，溶液无色近透明。

(2) 铅 本品 1.0 g 加硫酸 5 ml 及硝酸 5 ml 加热，不时补加 2~3 ml 硝酸，继续加热到液体呈无色到微黄色。冷却后，加饱和的草酸铵溶液 10 ml，加热浓缩直到产生白烟。冷却后，注意加水至 50 ml，此溶液作为试验溶液。取 25 ml 试验溶液进行试验时，其允许范围在 10 ppm 以下。

干燥减量 7.0% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定量法 (1) 尿囊素 将本品干燥后，精确称取约 0.7 g，按照氮定量法 (第 2 法) 进行试验。

0.1 N 硫酸 1 ml = 3.9529 mg $\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_3$

(2) 氧化铝 将本品干燥，精确称取约 0.5 g，加稀硝酸 20 ml 加热溶解，再加水至 250 ml。在此溶液中加入氯化铵 1 g 及甲基红试液 3 滴，加热到沸腾，滴加氨水试液直到溶液变成黄色，滤取沉淀，用硝酸铵溶液 (1→400) 充分洗涤，将其干燥后，连同滤纸一起灼烧至恒重，称其重量。

8. 硫酸铝钾 (明矾)

Alum

$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$; 474.38

本品定量时，硫酸铝钾 $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ 含量在 99.5% 以上。

性 状 本品为无色~白色结晶或粉末，无气味，味稍甜而有强的收敛性。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈铝盐和硫酸盐的定性反应。

(2) 本品的饱和水溶液，呈钾盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时，液体无色澄明。

(2) 铵盐 本品 0.5 g 加水 5 ml 溶解，加氢氧化钠溶液 (1→5) 2 ml 加热时，发生的气体，对润湿的红色石蕊试纸不变蓝色。

(3) 铁 本品 0.1 g 加水 15 ml 和硝酸 1 ml 溶解，加热后放冷，加硫氰酸铵试液 5 滴时，液体不呈红色。

(4) 重金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解，加稀醋酸 2 ml 和水成为 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 本品 0.66 g 加水 10 ml 溶解，以此作为试验溶液，用装置 C 如法进行试验时，其限度在 3 ppm 以下。

定量法 精确称量本品约 1 g，加水 250 ml 溶解，加氯化铵 1 g 和甲基红试液 3 滴，

滴加氨试液加热至沸腾到液体的颜色变为黄色为止。滤取沉淀，用硝酸铵溶液（1→400）很好洗涤，将它干燥后，连同滤纸一起灼烧至恒重。称其重量，作为氧化铝（ Al_2O_3 ；101.96）的重量。

硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$ 的量(mg) = 氧化铝(Al_2O_3)的量(mg)
 $\times 9.305$

9. 干燥硫酸铝钾(烧明矾)

Exsiccated Alum

$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$: 258.20

本干燥物定量时，硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2]$ 含量在96.5%以上。

性 状 本品为白色块状物或粉末，无气味，稍稍有甜味而有收敛性。

确认试验 适用硫酸铝钾的确认试验。

纯度试验 (1) 水不溶物 本品2.0 g加水40 ml，屡屡摇动，放置24小时，用已知重量的坩埚形玻璃过滤器（1G4）过滤，残留物用50 ml水洗，将玻璃过滤器和残留物一起在105°干燥2小时，其量在50 mg以下。

(2) 铁、重金属和砷 适用硫酸铝钾的纯度试验。但是试料的量，各取该纯度试验用量的1/2。其限度为重金属40 ppm以下，砷6 ppm以下。

干燥减量 10.0%以下（1 g，200°，4小时）。

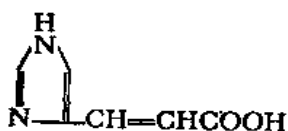
定量法 将本品干燥，精确称取约0.5 g，加水100 ml，加热溶解并振荡混合，过滤后加水至250 ml，以后按硫酸铝钾定量法中的“加氯化铵1 g和甲基红试液3滴”以后的操作进行。

硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2]$ 的量(mg) = 氧化铝(Al_2O_3)的量(mg) $\times 5.065$

(六) 防 晒 剂

1. 尿 刊 酸

Urocanic Acid



$\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2$: 138.13

本品干燥物定量时，尿刊酸（ $\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2$ ）的含量在98.0%以上。

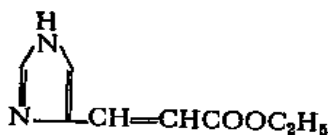
性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末，无气味。

确认试验 (1) 在本品的水溶液（1→500）5 ml中，加偶氮苯磺酸试液1 ml和2 N碳酸钠试液2 ml时，液体呈橙色。

- (2) 本品 0.01 g 加 pH 7.0 的磷酸盐缓冲液溶解并配成 200 ml, 取此液 5 ml, 加 pH 7.0 的磷酸盐缓冲液至 100 ml, 测定其液体的吸收光谱时, 在波长 277 ± 2 nm 处显示吸收的极大值。
- pH** 本品 2.0 g, 加新煮沸冷却的水 90 ml, 加热溶解, 冷后, 加新煮沸冷却的水配成 100 ml, 细心振荡混合, 过滤后, 滤液的 pH 为 4.0~5.0。
- 熔 点** 约 225° (分解)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加 2 N 盐酸试液 20 ml 溶解时, 液体几乎是无色澄明的。
- (2) 氯化物 本品 1.0 g 加水 90 ml 加热溶解, 冷后, 加水配成 100 ml, 细心振荡混合后过滤。取滤液 25 ml, 加稀硝酸 6 ml 和水配成 50 ml。以此为试验溶液进行试验时, 其限度在 0.10% 以下。比较液取 0.01 N 盐酸 0.70 ml。
- (3) 重金属 取本品 2.0 g, 慢慢加热尽可能在较低温度下达到大体上灰化并挥发后, 用硫酸润湿, 然后慢慢加热至硫酸蒸气不再发生后, 在 $450 \sim 550^{\circ}$ 强热直至残留物灰化为止。冷后, 在残留物上加王水 1 ml, 在水浴上蒸发干涸, 用盐酸 3 滴润湿, 加热水 10 ml 加温 2 分钟。然后, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氨试液使液体呈微红色为止, 加稀醋酸 2 ml。如有必要进行过滤, 用水 10 ml 洗涤, 将洗液和滤液合并, 加水配成 50 ml。以此作为试验溶液进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- (4) 砷 取本品 1.0 g 置于 100 ml 的分解烧瓶中, 加硝酸 5 ml 和硫酸 2 ml, 烧瓶口装上小漏斗, 小心加热至产生白烟为止。冷后, 每次加硝酸 2 ml, 加热 2 次, 并数次加浓过氧化氢每次 2 ml, 同时加热, 直至液体变为无色~微黄色。冷后, 加饱和草酸铵溶液 10 ml, 再次加热至发生白烟为止。冷后, 加水作成 5 ml, 以此为试验溶液, 用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g, 105° , 3 小时)。
- 定量法** 将本品干燥, 约取其 0.15 g 精密称量, 按氮定量法 (第 2 法) 进行试验。
 $0.1 \text{ N 硫酸 } 1 \text{ ml} = 6.906 \text{ mg C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2$

2. 尿刊酸乙酯

Ethyl Urocanate



$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$: 166.18

本品干燥物定量时, 尿刊酸乙酯 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$) 含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 0.1 g 加乙醇 100 ml 溶解, 取其 1 ml, 加乙醇配成 100 ml。此液

在波长 $289 \pm 2 \text{ nm}$ 处显示吸收的极大值。

(2) 本品 0.1 g 加水 100 ml, 加热溶解。取此液 5 ml, 加对氨基苯磺酸-盐酸试液 0.5 ml 和亚硝酸钠试液 0.5 ml, 好好振荡混合后, 加碳酸钠溶液 (12.5→100) 2 ml 时, 液体呈橙黄色。

熔 点 86~90° (第 1 法)。

pH 本品 2.5 g 加甲醇 40 ml 和新煮沸冷却的水 10 ml 溶解, 液体的 pH 为 6.0~8.0。

纯度试验 (1) 游离尿刊酸 取本品 2.0 g, 置于 250 ml 的烧瓶中, 加乙醇 50 ml, 加温溶解, 加酚酞试液 1 ml, 屡屡振荡混合, 同时用 0.1 N 氢氧化钾液滴定, 其氢氧化钾消耗量, 在 1.1 ml 以下。滴定的终点, 为液体的红色持续保持 30 秒钟之点。

(2) 氯化物 本品 1.0 g 用 1 N 氢氧化钠试液 2 ml 润湿后, 适用灼烧残分试验法 (第 1 法) 灼烧后, 残留物加稀硝酸 6 ml 和水配成 50 ml。以此作为试验溶液进行试验时, 其限度在 0.028% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.8 ml。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加甲醇 40 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.0 ml, 甲醇 40 ml, 稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml。

(4) 砷 取本品 2.5 g, 慢慢加硝酸 20 ml 后, 以弱火加热至呈流动状为止。冷后, 加硫酸 5 ml, 加热至发生褐色烟雾为止。进一步不时追加硝酸并继续加热, 每次追加硝酸 2~3 ml, 加热至液体呈无色~微黄色为止。冷后, 加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热至发出白烟为止。冷后, 加水配成 25 ml, 作为试验溶液。取此试验溶液 10 ml, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 0.5% 以下 (2 g, 减压, 硅胶, 4 小时)。

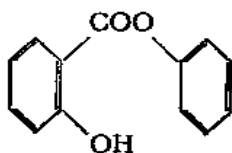
灼烧残分 0.20% 以下 (第 1 法, 3 g)。

定量法 将本品干燥后, 精确称量其约 1.1 g, 用稀盐酸溶解并配成 100 ml, 按照氮定量法 (第 1 法) 取其 1 ml 进行试验。在烧瓶内的加热时间取 5 小时。

0.01 N 硫酸 1 ml = $0.8309 \text{ C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$

3. 水杨酸苯酯

Phenyl Salicylate



$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_3$; 214.22

本品干燥物定量时,水杨酸苯酯($C_{13}H_{10}O_2$)含量在99.0%以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末,有微弱香气。

确认试验 (1) 本品的乙醇溶液(1→20) 5 ml,加氯化铁试液2~3滴时,液体呈红紫色。
(2) 本品0.3 g加氢氧化钠溶液(1→10) 3 ml溶解,在水浴上加热5分钟,冷后,加稀硫酸5 ml时,发生苯酚样的气味,并产生白色沉淀。

熔 点 41~43° (第1法)。

纯度试验 (1) 酸 本品4.0 g加水40 ml,振荡混合1分钟后过滤,在滤液4.0 ml中,加溴百里酚蓝试液2滴和0.01 N氢氧化钠液0.20 ml时,液体呈蓝色。
(2) 氯化物 取(1)的滤液10 ml,加稀硝酸6 ml和水至50 ml,以此作为试验溶液,进行试验时其限度为0.009%以下。比较液取用0.01 N盐酸0.25 ml。

(3) 硫酸盐 取(1)的滤液10 ml,加稀盐酸1 ml和水至50 ml,以此作为试验溶液,进行试验时,其限度为0.017%以下。比较液取用0.01 N硫酸0.35 ml。

(4) 铅 本品2.5 g加硫酸5 ml和硝酸10 ml,平静地加热,并屡屡追加硝酸,每次2~3 ml,直至液体呈无色~微黄色为止才停止加热。冷却后加饱和草酸铵溶液15 ml,加热浓缩至产生白烟为止。冷后小心加水至50 ml,作为试验溶液。取试验溶液20 ml,进行试验时,其限度在10 ppm以下。

(5) 砷 取(4)的试验溶液20 ml,采用装置C,如法进行试验时,其限度在2 ppm以下。

(6) 苯酚或水杨酸 取(1)的滤液4.0 ml,加氯化铁试液2滴时,液体不呈红紫色。

干燥减量 1.0%以下(1 g,硅胶,4小时)。

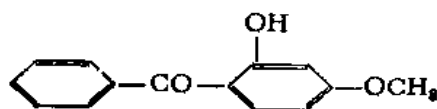
灼烧残分 0.10%以下(第1法,1 g)。

定 量 法 将本品干燥,精确称取约0.15 g,加氢氧化钠试液20 ml,装上回流冷却器,在水浴上加热20分钟。冷后,加水至100 ml,取此液20 ml置于碘瓶中,准确加入0.1 N溴液30 ml,再加溴化钾溶液(1→4) 20 ml,再迅速加入冰醋酸10 ml和盐酸6 ml的混合液后,立即密塞,屡屡振荡混合放置20分钟。小心加入碘化钾试液6 ml,平稳地摇动,放置5分钟后,用0.1 N硫代硫酸钠液滴定(指示剂:淀粉试液1 ml)。用同样方法进行空白试验。

0.1 N 溴液 1 ml = 1.7852 mg $C_{13}H_{10}O_2$

4. 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮(UV-9)

2-Hydroxy-4-methoxybenzophenone (Oxybenzone)



$C_{14}H_{12}O_3$: 228.25

本品干燥后定量时, 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮($C_{14}H_{12}O_3$)的含量在 90.0% 以上。

性 状 本品为微黄色的结晶粉末, 没有气味。

确认试验 在 0.1 g 本品中加 100 ml 乙醇溶解, 取其 1 ml 加乙醇至 100 ml。该液在波长 242 ± 4 nm, 288 ± 4 nm 及 325 ± 4 nm 处有最大吸收峰, 在波长 265 ± 4 nm 及 310 ± 4 nm 处有最小吸收峰。

熔 点 $60 \sim 66^\circ$ (第 1 法)。

纯度试验 溶性 在 1.0 g 本品中加 20 ml 无水乙醇溶解, 此时溶液澄清透明。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 硅胶, 24 小时)。

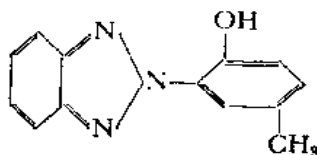
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称取约 10 mg, 在乙醇中溶解并加乙醇至 100 ml。取该液 5 ml 加乙醇至 100 ml, 在层长 10 mm, 波长 288 nm 附近最大吸收处测定消光度 A。

$$2\text{-羟基-4-甲氧基二苯甲酮}(C_{14}H_{12}O_3)\text{的量 (mg)} = \frac{A}{649} \times 20000$$

5. 2-(2-羟基-5-甲基苯基) 苯并三唑

2-(2-Hydroxy-5-methylphenyl)benzotriazole



$C_{13}H_{11}N_3O$: 225.25

本品干燥物定量时, 2-(2-羟基-5-甲基苯基) 苯并三唑 ($C_{13}H_{11}N_3O$) 含量为 95.0~104.0%。

性 状 本品为微黄白色粉末, 几乎没有气味。

确认试验 本品 10 mg 用乙醇溶解成 100 ml, 取此液 5 ml, 加乙醇至 100 ml。此液在波长 243 ± 2 nm, 298 ± 2 nm, 和 340 ± 2 nm 有极大吸收部, 在波长 259 ± 2 nm 和 314 ± 2 nm 有极小吸收部。

熔 点 $126 \sim 134^\circ$ (第 1 法)。

纯度试验 溶状 本品 0.1 g 加丙酮 10 ml 溶解时, 液体澄明。

干燥减量 0.5% 以下 (1 g, 硫酸, 24 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 1 g)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称取约 10 mg, 溶于乙醇成为 100 ml。取此液 5 ml, 加乙醇至 100 ml, 测定层长 10 mm, 波长 298 nm 附近的极大吸收波长处测定消光度 A。

2-(2-羟基-5-甲基苯基)苯并三唑($C_{13}H_{11}N_3O$)的量(mg) = $\frac{A}{640} \times 20000$

(七) 溶 剂 类

1. 丙 酮

Acetone



C_3H_6O , 58.08

本品应含丙酮(C_3H_6O)在98.0%以上。

性 状

本品为无色透明液体,有特殊的气味。

确认试验

(1) 将本品的水溶液(1→200)作为试验溶液,在1 ml试液中,加1 ml氢氧化钠试液,在水浴上稍微加热,再滴加2~3滴碘液时,溶液立刻产生黄色沉淀。

(2) 在1 ml (1) 试液中,加5滴硝普酸钠试液及2 ml 氢氧化钠试液振荡混合,再加醋酸使溶液呈酸性,此时溶液呈深红色,用数倍水稀释时,溶液变红紫色。

(3) 在1 ml 试液中,加2滴水杨醛-乙醇溶液(1→5)及1 ml 氢氧化钠溶液(1→2)在水浴上加热时,液体显红色。

相对密度

d_{4}^{20} : 0.790~0.798 (第1法)。

纯度试验

(1) 酸 在25 ml 本品试液中,加新煮沸并冷却后的去离子水25 ml及2滴酚酞试剂后,再加0.2 ml 0.1 N 氢氧化钠溶液时,试液显红色。

(2) 碱 在25 ml 本品中,加新煮沸并冷却的去离子水25 ml及1滴甲基橙试剂后,再加0.1 ml 0.1 N 盐酸时,溶液显红色。

(3) 高锰酸钾还原物 在20 ml 本品中,加0.1 ml 0.1 N 高锰酸钾试液,放置15分钟后,液体的红色不消失。

(4) 甲醇 本品适用甲醇及丙酮试验法的甲醇试验。

(5) 水份 在10 ml 本品中加10 ml 正己烷振荡时,液体澄清透明。

(6) 蒸发残留物 将30 ml 本品在水浴上加热蒸发,再将残留物在105°下干燥1小时,其量应在1 mg 以下。

蒸馏试验

在95 V/V%以上(第1法,55~57°)。

定量法

精确称取本品约1 g,加水约20 g 移入具塞的刻度烧瓶中,加水至1000 ml。取此液10 ml 置于带塞烧瓶中,加25 ml 氢氧化钠溶液,密闭不断振荡,放置5分钟,再准确加入25 ml 0.1 N 碘液,密闭在阴凉处放置10分钟,然后加1 N 硫酸30 ml。过量的碘液用0.1 N 硫代硫酸钠标准液滴定(指示剂,淀粉液3 ml)。同时做空白试液。

0.1 N 碘液 1 ml = 0.9680 mgC₃H₆O

2. 甲基乙基酮

Methyl Ethyl Ketone



C₄H₈O: 72.11

性 状 本品为无色透明液体，有特异气味。

确认试验 (1) 本品 2 ml，加 2,4-二硝基苯肼试液 5 ml 和无醛乙醇 5 ml，振荡混合时，产生黄色结晶的沉淀。

(2) 适用甲基异丁基酮的确认试验 (2)。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.805~0.807 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 适用甲基异丁基酮的纯度试验 (1)。

(2) 酸 适用甲基异丁基酮的纯度试验 (2)。

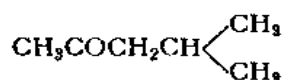
(3) 水分 本品 5.0 ml 加己烷 45 ml 振荡混合时，液体澄明。

(4) 蒸发残留物 适用甲基异丁基酮的纯度试验 (4)。

蒸馏试验 97 V/V% 以上 (第 1 法, 79.0~81.5°)。

3. 甲基异丁基酮

Methyl Isobutyl Ketone



C₆H₁₂O: 100.16

性 状 本品为无色透明液体，有特异气味。

确认试验 (1) 本品 2 ml，加 2,4-二硝基苯肼试液 5 ml 和无醛乙醇 5 ml，振荡混合，产生带红黄色结晶沉淀。

(2) 本品 2 ml，加氢氧化钠试液至呈碱性后，加硝普酸钠试液 3 滴时，液体呈红色。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.800~0.804 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 ml 加乙醇 10 ml 溶解时，液体透明。

(2) 酸 本品 50 ml，加酚酞试液 3 滴，用 0.01 N 氢氧化钠滴定时，其量在 2.0 ml 以下。

(3) 水分 本品 1.0 ml 加庚烷 19 ml，振荡混合时，液体透明。

(4) 蒸发残留物 本品 40 ml 在水浴上蒸发，残留物在 105°干燥 1 小时，其量在 1 mg 以下。

蒸馏试验 95 V/V% 以上 (第 1 法, 114~117°)。

4. 乙 醇

Ethanol

C_2H_5OH

C_2H_6O : 46.07

本品 15°时应含乙醇 (C_2H_6O) 95.0~95.5V/V% (按相对密度)。

性 状

本品为无色透明的挥发性液体，有特殊的气味及酒味。

确认试验

(1) 将本品 3 滴与 1 ml 硫酸及 3 滴重铬酸钾轻轻振摇时，液体变成绿色，并产生乙醛样的气味。

(2) 在 1 ml 本品中加冰醋酸 1 ml 及硫酸 3 滴并加热，此时产生乙酸乙酯样的气味。

相对密度

d_{4}^{15} : 0.814~0.816 (第 1 法)。

纯度试验

(1) 溶性 在 10 ml 本品中加 30 ml 水振荡，在 5~10°下放置 30 分钟，此时液体澄清透明。

(2) 酸或碱 在 20 ml 本品中加 20 ml 新煮沸冷却的去离子水及 3 滴酚酞试液时，溶液的颜色没有变化；在此溶液中再加 0.10 ml 0.1 N 氢氧化钠溶液时，溶液呈现红色。

(3) 氯化物 在 10 ml 本品中，加 2 滴硝酸银试液放置 5 分钟，此时液体没有变化。

(4) 重金属 在 30 ml 本品中加 2 ml 稀醋酸并加水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验，其允许范围在 1.2 ppm 以下。用 3.0 ml 铅标准液为比较液。

(5) 杂醇油及类似不纯物 在 10 ml 本品中加 5 ml 水及 1 ml 甘油，将它滴在没有气味的滤纸上，在常温下放置挥发，此时没有残留的异臭。而将 5 ml 本品小心注入已加入 5 ml 硫酸的试管内积层，此时两层的界面不得呈现红色。

(6) 乙醛或其他还原物 在 10 ml 本品中，15°时加 0.1 N 高锰酸钾液 0.30 ml，在 15°下放置 20 分钟，此时溶液的红色不消失。还可以在 10 ml 本品中加氢氧化钠试液 5 ml，放置 5 分钟，此时溶液不呈现黄色。

(7) 甲醇及丙酮 本品适合按甲醇及丙酮试验法进行试验。

(8) 蒸发残留物 将本品 40 ml 放在水浴上蒸发，把残留物在 105°下干燥 1 小时，其量在 1 mg 以下。

5. 无 水 乙 醇

Ethanol Absolute

C_2H_5OH

C_2H_6O : 46.07

本品 15° 时含乙醇 (C₂H₆O) 在 99.5 V/V% 以上 (按相对密度)。

性 状 本品为无色透明挥发性液体, 有特殊的气味及酒味。

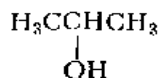
确认试验 适用乙醇的确认试验。

相对密度 d_{4}^{15} : 0.796 以下 (第 1 法)。

纯度试验 适用乙醇的纯度试验。

6. 异 丙 醇

Isopropanol



C₃H₈O, 60.10

性 状 本品为无色透明的液体, 有特殊的气味。

确认试验 (1) 在 1 ml 本品中, 加 2 ml 碘试液及 2 ml 氢氧化钠试液, 振荡混合时, 产生淡黄色的沉淀。
(2) 在 5 ml 本品中小心加重铬酸钾试液 20 ml 及 5 ml 硫酸, 在水浴上温和加热时, 产生丙酮臭味, 产生的气体, 能将先用水和无醛的乙醇溶液 (1→10) 再用氢氧化钠溶液 (3→10) 润湿的滤纸变红褐色。

相对密度 d_{4}^{20} : 0.785~0.795 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶性 在 20 ml 本品中加水 8 ml 振摇混合时, 液体澄清透明。
(2) 酸或碱 在 50 ml 水中加 2 滴酚酞试液, 加 0.01 N 氢氧化钠液调到中性, 此溶液中加入 15 ml 本品时, 溶液的颜色不变。再加 0.40 ml 0.01 N 氢氧化钠溶液时, 液体呈红色。
(3) 水分 在 5 ml 本品中加 45 ml 苯振摇混合, 此时液体澄清透明。
(4) 蒸发残留物 将本品 20 ml 在水浴上蒸发, 其残留物在 105° 下干燥 1 小时, 称其量应在 1 mg 以下。

蒸馏试验 95 V/V% 以下 (第 1 法, 81~83°)。

7. 丁 醇

Butanol



C₄H₁₀O, 74.12

性 状 本品为无色透明挥发性液体, 有特异气味。

相对密度 d_{4}^{20} : 0.809~0.813 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 (i) 本品 3 ml 加水 50 ml, 摇荡混合, 液体澄明。
(ii) 本品 3 ml 加无水乙醇 15 ml, 摇荡混合, 液体澄明。
(iii) 本品 3 ml 加乙醚 15 ml, 摇荡混合, 液体澄明。

- (2) 酸 本品 20 ml, 加中性乙醇 25 ml, 用 0.02 N 氢氧化钠液滴定时, 其量在 0.46 ml 以下。
- (3) 硫酸呈色物 取本品 5.0 ml, 冷却至 10° 后, 滴加硫酸 5 ml, 注意切勿超过 30°, 摇动混合。在 10° 放置 5 分钟后, 液体的颜色, 不比 I 号比色液深。
- (4) 蒸发残留物 本品 50 g 置水浴上蒸发, 残留物在 105° 干燥 1 小时, 其量在 2 mg 以下。
- 水分 0.3% 以下 (15 g)。
- 蒸馏试验 95 V/V% 以上 (第 2 法, 117~119°)。

8. 环 己 烷

Cyclohexane

C_6H_{12} : 84.16

- 本品是从石油中得到的液状烃, 主成分为环己烷 (C_6H_{12})。
- 性 状 本品为无色透明液体, 具有苯样的气味。
- 折光指数 n_D^{20} : 1.426~1.427。
- 相对密度 d_{44}^{20} : 0.776~0.780 (第 1 法)。
- 凝固点 4.5~6.5°。
- 纯度试验 (1) 硫酸呈色物 本品 10 ml, 加 94.5~95.5% 硫酸 10 ml, 轻轻振荡混合约 2 分钟后, 静置时分离出来的两层都没有着色。
- (2) 蒸发残留物 本品 125 ml, 在水浴上蒸发, 残留物在 105° 干燥 1 小时, 其量在 1 mg 以下。
- 蒸馏试验 95 V/V% 以上 (第 1 法, 80~82°)。

9. 醋 酸 乙 酯

Ethyl Acetate

$CH_3COOC_2H_5$

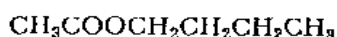
$C_4H_8O_2$: 88.11

- 本品定量时, 醋酸乙酯 ($C_4H_8O_2$) 含量在 98.0% 以上。
- 性 状 本品为无色透明液体, 有特异香气。
- 确认试验 本品 1 ml 加氢氧化钠溶液 (1→4) 5 ml, 在水浴上边搅拌边加热, 本品的特异香气消失。冷后加水 8 ml 和稀盐酸 6 ml, 液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。
- 相对密度 d_{44}^{20} : 0.897~0.906 (第 1 法)。
- 折光指数 n_D^{20} : 1.371~1.376。
- 酸 价 0.1 以下 (第 1 法, 20 g)。

- 纯度试验** (1) 溶状 本品 2.0 ml, 加稀释乙醇(d_{4}^{15} : 0.951~0.952) 4.0 ml 溶解后, 液体澄明。
 (2) 蒸发残留物 本品 50 g 在水浴上蒸发干涸, 并在 105°干燥 2 小时, 其量在 2 mg 以下。
 (3) 硫酸呈色物 将本品 5 ml, 冷却至 10°和硫酸 5 ml 混合, 在 10°放置 5 分钟时, 其液体的色度, 不比 0.01 N 碘液 0.3 ml 加 10 ml 水的液体的色度深。
- 蒸馏试验** 95 V/V% 以上 (第 3 法, 74~78°)。
- 定量法** 精确称取本品约 0.5 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。
 0.5 N 氢氧化钠-乙醇液 1 ml = 44.05 mg $C_4H_8O_2$

10. 醋酸丁酯

Butyl Acetate



$C_6H_{12}O_2$: 116.16

本品定量时, 醋酸丁酯 ($C_6H_{12}O_2$) 含量在 95.0% 以上。

- 性 状** 本品为无色透明液体, 有特异香气。
- 确认试验** 本品 1 ml 加氢氧化钾-乙醇试液 5 ml, 在水浴上加热时, 本品的特异香气消失, 而产生丁醇样的气味。冷后, 加水 10 ml 和稀盐酸 0.5 ml, 液体呈醋酸盐的定性反应 (3)。
- 相对密度** d_{4}^{20} : 0.878~0.887 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.392~1.397。
- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 5 g)。
- 纯度试验** 溶状 本品 2.0 ml 加稀释乙醇 (d_{4}^{15} : 0.889~0.890) 4.0 ml 溶解时, 液体澄明。
- 蒸馏试验** 95 V/V% 以上 (第 3 法, 122~127°)。
- 定量法** 精确称量本品约 0.5 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。
 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 58.08 mg $C_6H_{12}O_2$

11. 乙二醇单丁醚

Ethyleneglycol Monobutylether



$C_6H_{14}O_2$: 118.18

本品是在丁醇中加成环氧乙烷而得到的溶剂。

- 性 状** 本品为无色透明的液体, 有特殊的气味。
- 确认试验** (1) 在 3 g 本品中加 20 ml 苯溶解, 将 0.5 g 金属钠分次加入, 每次少许。

金属钠溶解后,边振摇液体边滴加2,4-二硝基氯苯-苯溶液(1→3)数滴,此时液体的颜色由黄色变为黑褐色。

(2)本品3滴加醋酸1滴及硫酸5滴,在水浴上加热5分钟,此时产生醋酸丁酯样的气味。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.900~0.905 (第1法)。

纯度试验 (1)酸 在1.0g本品中,加水50ml振摇混合,再加酚酞0.5ml及0.01氢氧化钠溶液0.20ml,此时溶液呈红色。

(2)蒸发残留物 将20ml本品在水浴上蒸发,把残留物在105°下干燥1小时,此时残留物的量应在1mg以下。

水分 0.3%以下。

蒸馏试验 95 V/V%以下 (第1法, 166~173°)。

12. 甲 苯

Toluene

$C_6H_5CH_3$

C_7H_8 ; 92.14

性 状 本品为无色透明的挥发性液体,有特异的气味。

确认试验 本品1ml,慢慢加入发烟硝酸10ml,加热后,滴加到冰水中时,有黄色结晶析出。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.861~0.871 (第1法)。

纯度试验 (1)酸或碱 本品20g加新煮沸的冷却水10ml,强烈摇荡混合,取分离出来的水层,加甲基红试液1滴,作为试验溶液,进行如下试验。

(i)酸 试验溶液呈红色时,加0.02N氢氧化钠液滴定时,其量在0.25ml以下。

(ii)碱 试验溶液呈黄色时,加0.02N盐酸滴定时,其量在0.25ml以下。

(2)噻吩 本品25ml加硫酸15ml和靛红试液0.5ml,摇荡混合后,放置1分钟,硫酸层虽呈黄色,但不呈绿~蓝色。

(3)硫酸呈色物 本品10ml,加硫酸5ml,激烈振荡混合20秒钟,放置15分钟时,液体的颜色,不比1号比色液浓。

(4)硫化物 本品10ml,加乙醇1ml和铅酸钠试液3ml,装上回流冷凝器,煮沸15分钟,移于试验管中,放置5分钟时,液体不呈褐色~黑色。

(5)蒸发残留物 本品50g在水浴上蒸发,残留物在110°干燥30分钟时,其量在1mg以下。

水分 0.05%以下(50g)。

蒸馏试验 97 V/V%以上 (第2法, 110~112°)。

13. 二甲苯

Xylene

本品为邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯和乙苯的混合物。

性 状 本品为透明挥发性液体，有特异气味。

确认试验 在硫酸和硝酸的等容混合液 10 ml 中，滴加本品 2 ml，时时摇动混合，平稳加热后，滴加于 20 ml 水中，有淡黄色油状物生成。将油状物取出，用 10 ml 水洗涤，洗 3 次后，取其 1 ml，用乙醇 10 ml 溶解，加氢氧化钠水溶液 (1→10) 至呈碱性时，液体开始呈蓝绿色，渐次变为黄褐色。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.861~0.873 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 酸或碱试验 在本品 10 ml 中加入新煮沸后冷却的水 10 ml，强烈摇荡混合，取出分离的水层，加石蕊试液 1 滴，作为试验溶液，进行如下试验。

(i) 酸 试验溶液若呈红色，用 0.02 N 氢氧化钠液滴定，其消耗量在 0.1 ml 以下。

(ii) 碱 试验溶液若呈黄色，用 0.02 N 盐酸滴定时，其消耗量在 0.1 ml 以下。

(2) 噻吩 在本品 20 ml 中，加硫酸 10 ml 和靛红试液 0.1 ml，很好摇混后，放置 1 小时，硫酸层即使呈黄色，但不呈绿色~蓝色。

(3) 硫酸呈色物 在本品 15 ml 中加硫酸 5 ml，强烈摇荡，混合 20 秒钟，放置 15 分钟后，硫酸层的颜色，不得深于 E 号比色液。

(4) 硫化物 在本品 20 ml 中加乙醇 1 ml 和铅酸钠试液 3.0 ml 装好回流冷却器加热 15 分钟，移于试管中，放置 5 分钟后，液体不得呈褐色至黑色。

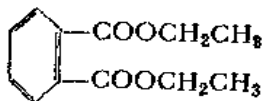
(5) 蒸发残留物 本品 50 g 在水浴上蒸发至干涸，将残留物在 110° 干燥 30 分钟时，残留量在 0.1 mg 以下。

水 分 0.05% 以下 (20 g)。

蒸馏试验 95 V/V% 以上 (第 2 法, 138.5~141.5°)。

14. 邻苯二甲酸二乙酯

Diethyl Phthalate



$C_{12}H_{14}O_4$: 222.24

本品定量时，邻苯二甲酸二乙酯 ($C_{12}H_{14}O_4$) 含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体，无气味，或稍有特异气味。

确认试验 本品 4 g 加氢氧化钾-乙醇试液 100 ml，装上回流冷凝器在水浴上加热 2 小

时后，蒸馏到有残留物析出的样子时，停止蒸馏。冷后，加水 50 ml 和溴酚蓝试液 2 滴，加稀硫酸直至液体变为黄色为止，放置冷处一夜。滤取析出的结晶，用水很好洗涤后，开始用热水重结晶，然后在甲醇中重结晶，测定熔点时（第 1 法）熔点为 189~193°（封管中）。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.118~1.125（第 1 法）。

折光指数 n_D^{20} : 1.499~1.504。

酸价 0.1 以下（第 1 法，20 g）。

纯度试验 溶状 本品 1.0 ml 加稀释乙醇（ d_{15}^{15} : 0.913~0.914）5.0 ml 溶解时，液体澄明。

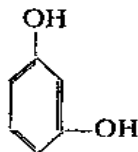
定量法 精确称取本品约 0.5 g，按香料试验法（2）酯含量测定法进行试验。加热时间取 2 小时，加热前加水 5 ml。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 55.56 mg $C_{12}H_{14}O_4$

（八）染发用原料

1. 间苯二酚

Resorcin



$C_6H_6O_2$: 110.11

本品干燥物定量时，间苯二酚（ $C_6H_6O_2$ ）含量在 99.0% 以上。

性状 本品为白色针状结晶或粉末，稍有特异的气味。

确认试验（1）本品 0.1 g 加氢氧化钠试液 2 ml 溶解，加氯仿 1 滴加热时，液体呈深红色。再滴加盐酸时，液体变为淡红色。

（2）本品的水溶液（1→200）10 ml 加氯化铁试液 3 滴时，液体呈带蓝的紫色，再滴加氨水试液时，液体变为带褐的黄色。

熔点 109~112°（第 1 法）。

纯度试验（1）液性 本品 1.5 g 加水 30 ml 溶解，作为试验溶液。取试验溶液 5 ml，加甲基橙试液 1 滴时，液体呈黄色~橙色。

（2）苯酚 取（1）的试验溶液 5 ml 溶解，平稳地加热时，不产生苯酚的气味。

（3）儿茶酚 取（1）的试验溶液 10 ml，加稀醋酸 2 滴和醋酸铅试液 0.5 ml 时，液体不产生混浊。

干燥减量 1.0% 以下（1.5 g，硅胶，4 小时）。

灼烧残分 0.05%以下 (第1法, 2g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 1.5 g 加水溶解, 配成 500 ml。取此液 25 ml 投入碘瓶中, 正确量取 0.1 N 溴液 50 ml、水 50 ml 和盐酸 5 ml, 加入瓶中, 立即密塞后, 摇和 1 分钟, 放置 2 分钟。然后加碘化钾试液 5 ml, 摇荡混合, 放于冷暗处 5 分钟后, 将塞子和碘瓶内壁附着物用水 20 ml 洗入瓶中, 游离的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样的方法进行空白试验。

$$0.1 \text{ N 溴液 } 1 \text{ ml} = 1.8352 \text{ mgC}_6\text{H}_5\text{O}_2$$

2. 无水亚硫酸钠

Sodium Sulfite Anhydrous

Na_2SO_3 : 126.04

本品定量时, 亚硫酸钠 (Na_2SO_3) 的含量应在 97.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或粉末, 没有气味。

确认试验 本品的水溶液 (1→2) 呈钠盐及亚硫酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶性 本品 0.5 g 加水 20 ml 溶解, 溶液澄清透明。

(2) 酸 在 1.0 g 本品中加水 10 ml 溶解, 加酚酞指示剂 2 滴时, 溶液呈现红色。

(3) 碱 在 1.0 g 本品中加水 10 ml 溶解, 以甲基红为指示剂, 加中性浓度高的过氧化氢水溶液 1.5 ml 振荡混合, 在水浴上蒸发浓缩至原来溶液的 1/2, 冷却后加水约 5 ml, 用 0.1 N 盐酸标准液滴定, 将盐酸耗量换算成碳酸钠的值应在 0.3% 以下。

$$0.1 \text{ N 盐酸 } 1 \text{ ml} = 5.299 \text{ mgNa}_2\text{CO}_3$$

(4) 氯化物 在 1.4 g 本品中, 加水 10 ml 及氢氧化钠溶液 (1→10) 2 ml, 再加高浓度过氧化氢水溶液 30 ml, 在水浴上加热蒸干。在残留物中加稀硝酸 (1→3) 5 ml 并加水至 50 ml。取该液 25 ml 加稀硝酸 6 ml 并加水至 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 0.02% 以下。用 0.40 ml 0.01 N 盐酸为比较液。

(5) 铁 在 1.0 g 本品中加盐酸 2 ml, 在水浴上加热蒸干。在残留物中加 2 ml 盐酸及 20 ml 水, 再加溴液 4 滴, 然后加热驱除溴。冷却后, 加水至 25 ml, 以此作试验溶液进行试验时, 其允许范围在 10 ppm 以下。用 1.0 ml 铁标准溶液为比较液。

(6) 铅 在 1.0 g 本品中, 加水 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。

(7) 砷 在 1.0 g 本品中, 加水 10 ml 溶解, 再加硝酸 2 ml 及硫酸 1.5 ml 加热至产生白烟。冷却后, 加水至 10 ml, 以此作试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

定量法 精确称取本品约 0.2 g, 准确加入 0.1 N 碘液 50 ml, 密闭充分振荡, 在阴凉处放置 5 分钟, 再加盐酸 1 ml, 过量的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样的方法做空白试验。

$$0.1 \text{ N 碘液 } 1 \text{ ml} = 6.302 \text{ Na}_2\text{SO}_3$$

3. 亚硫酸氢钠

Sodium Bisulfite

NaHSO_3 : 104.06

本品定量时, 亚硫酸氢钠 (NaHSO_3) 含量应在 95.0% 以上。

性状 本品为白色粒状粉末, 具有二氧化硫的气味。

确认试验 本品水溶液 (1→20) 呈钠盐及亚硫酸氢盐的定性反应。

纯度试验 (1) 硫代硫酸盐 在 1.0 g 本品中, 加 15 ml 水溶解, 慢慢加稀盐酸 5 ml 振荡混合, 放置 5 分钟溶液不混浊。

(2) 重金属 在 2.0 g 本品中, 加 10 ml 水溶解, 加 5 ml 盐酸在水浴上蒸干。在残留物上加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验, 其允许范围在 10 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准溶液为比较液。

(3) 铁 取样品 1.0 g, 加盐酸 2 ml, 在水浴上蒸干。其残留物加 2 ml 盐酸、20 ml 水及 4 滴溴液, 加热驱除溴。冷却后, 加水至 25 ml, 以此作试验溶液进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铁标准溶液为比较液。

(4) 砷 在 0.5 g 本品中, 加水 10 ml 溶解, 加硫酸 1 ml, 在砂浴上加热至产生白烟。冷却后, 加水至 5 ml, 以此作试验溶液, 用装置 C 依法进行试验。其允许范围在 4 ppm 以下。

定量法 精确称取本品约 0.15 g, 准确加入 50 ml 0.1 N 碘液, 密闭充分振荡, 在阴凉处放置 5 分钟, 再加盐酸 1 ml 后, 过量的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠标准液滴定 (指示剂: 淀粉溶液 1 ml)。

$$0.1 \text{ N 碘液 } 1 \text{ ml} = 5.203 \text{ mgNaHSO}_3$$

4. 焦亚硫酸钠

Sodium Pyrosulfate

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$: 190.10

本品定量时, 焦亚硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) 含量在 95% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 有二氧化硫样的气味。

确认试验 本品的水溶液 (1→20), 呈钠盐和亚硫酸氢盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时, 液体无色透明。

(2) 硫代硫酸盐 本品 1.0 g 加水 15 ml 溶解时, 慢慢加稀盐酸 5 ml, 振荡

混合，放置 5 分钟时，液体不混浊。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，加盐酸 5 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物加水 1.0 ml 溶解，加酚酞试液 1 滴，加氨水试液至液体呈微红色为止，然后加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 铁 本品 1.0 g 加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发干涸，残留物加盐酸 2 ml，水 20 ml 和溴试液 4 滴，加热将溴除去。冷后，加水至 25 ml，以此作为试验溶液，进行试验时其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铁标准液 2.0 ml。

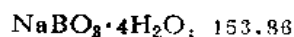
(5) 砷 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解，加硫酸 1 ml，在砂浴上小心加热至发生白烟为止。冷后，小心加水至 5 ml，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验，其限度为 4 ppm 以下。

定量法 精确称取本品约 0.15 g，将它移入碘瓶中，碘瓶内事先已正确量入 0.1 N 碘液 50 ml，密塞后振荡混合，放于冷暗处 5 分钟。加盐酸 1 ml 后，将过量的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定（指示剂：淀粉试液 1 ml）。用同样的方法进行空白试验。

$$0.1 \text{ N 碘液 } 1 \text{ ml} = 4.752 \text{ mgNa}_2\text{S}_2\text{O}_5$$

5. 过 硼 酸 钠

Sodium Perborate



本品定量时，对含约 95% 的过硼酸钠 ($\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 其有效氧 (O_2 ; 16.00) 的含量在 10% 以上。

性 状 本品为白色的结晶性颗粒或粉末，没有气味，有盐味。

确认试验 (1) 在 5 ml 本品的水溶液 (1→50) 中，加 1 滴酚酞试液时，溶液呈红色。

(2) 本品的水溶液 (1→50)，呈钠盐、硼盐及过氧化物的定性反应。

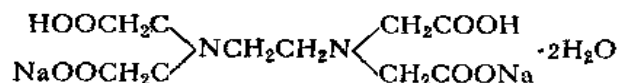
纯度试验 重金属 在 1.0 g 本品中加 10 ml 水及 5 ml 稀盐酸溶解，在水浴上搅拌蒸发干涸。在残留物中加水 25 ml 溶解，用氨水调成中性后，加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml，以此作试验溶液按第 4 法进行试验，其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。

定量法 精确称取本品约 0.25 g，加 50 ml 水溶解，加 10 ml 稀硫酸，用 0.1 N 高锰酸钾液滴定。

$$0.1 \text{ N 高锰酸钾液 } 1 \text{ ml} = 0.8000 \text{ mgO}$$

6. 乙二胺四乙酸二钠

Disodium Edetate



$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 372.24

本品干燥后定量时, 乙二胺四乙酸二钠 ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应。

(2) 在 10 ml 本品的水溶液 (1→20) 中, 加氢氧化钠溶液 (1→9) 1 ml 及氯化钙试液 1 ml 振摇混合, 再加草酸铵试液 2 ml 时, 溶液不产生沉淀。

pH 本品水溶液 (1→20) 的 pH 为 4.0~6.0。

纯度试验 **重金属** 将本品 5.0 g 用小火小心加热后, 加硫酸 1~2 滴润湿再加热。然后再加硫酸 1~2 滴湿润并加热, 如此反复进行到残留物完全灰化。冷却后, 加盐酸 2 ml 在水浴上蒸发干涸, 用 1 滴盐酸润湿残留物, 加热水 10 ml 并加热 2 分钟。冷却后, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液直至溶液微呈红色为止, 然后加稀醋酸 2 ml 过滤。用 10 ml 水洗涤残留物, 将洗液合并到滤液中加水至 50 ml, 以此作为试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 5 ppm 以下。用 2.5 ml 铅标准液为比较液。

定量法 在 80° 将本品干燥 5 小时, 精确称量约 1 g, 加水 50 ml 溶解, 加 pH 为 10.7 的氨-氯化铵缓冲溶液 2 ml 及铬黑 T 试液 3 滴, 用 0.1 mol/L 锌液进行滴定, 液体的蓝色变成红色为滴定终点。

0.1 mol/L 锌液 1 ml = 37.244 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

7. 乙二胺四乙酸四钠二水盐

Tetrasodium Edetate Dihydrate

$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 416.20

本品干燥后定量时, 乙二胺四乙酸四钠二水盐 ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 的含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为白色的结晶或结晶性粉末, 没有气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应。

(2) 在 10 ml 本品的水溶液 (1→20) 中, 加氯化钙试液 1 ml 振摇混合, 再加 2 ml 草酸铵试液, 此时不产生沉淀。

(3) 在 0.01 g 本品中加 5 ml 水溶解, 加铬酸钾溶液 (1→200) 2 ml 及三氧化砷试液 2 ml, 在水浴上加热 2 分钟, 此时溶液呈紫色。

- (4) 将 2.0 g 本品在 195° 下干燥 5 小时, 其减量在 8.60% 以上, 12.70% 以下。
- pH** 在 1.0 g 本品中加新煮沸冷却的去离子水 20 ml 溶解, 其溶液的 pH 值为 10.0~12.0。
- 纯度试验** (1) 氰化物 允许用乙二胺四乙酸三钠的纯度试验 (1)。
(2) 重金属 适用乙二胺四乙酸三钠的纯度试验 (2)。
(3) 砷 适用乙二胺四乙酸三钠的纯度试验 (3)。
- 干燥减量** 4.0% 以下 (1 g, 80°, 5 小时)。
- 定量法** 适用乙二胺四乙酸二钠的定量法。
 0.1mol/L 锌液 1 ml = 41.62 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

8. 乙二胺四乙酸四钠四水盐

Tetrasodium Edetate Tetrahydrate

$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; 452.23

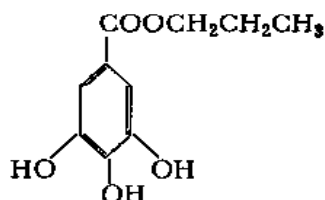
本品干燥后定量时, 乙二胺四乙酸四钠四水盐 ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 的含量在 97.0% 以上。

- 性 状** 本品为白色的结晶或结晶性粉末, 没有气味。
- 确认试验** (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠的定性反应。
(2) 在 10 ml 本品的水溶液 (1→20) 中, 加氯化钙试液 1 ml 振摇混合, 再加草酸铵试液 2 ml, 此时溶液不产生沉淀。
(3) 在 0.01 g 本品中加 5 ml 水溶解, 加铬酸钾溶液 (1→200) 2 ml 及三氧化砷试液 2 ml, 在水浴上加热 2 分钟, 此时溶液呈紫色。
(4) 将 2.0 g 本品在 195° 下干燥 5 小时, 此时的干燥减量在 15.9% 以上, 20.00% 以下。
- pH** 在 1.0 g 本品中加新煮沸冷却的去离子水 20 ml 溶解, 其溶液的 pH 值为 10.0~12.0。
- 纯度试验** (1) 氰化物 允许用乙二胺四乙酸三钠的纯度试验 (1)。
(2) 重金属 适用乙二胺四乙酸三钠的纯度试验 (2)。
(3) 砷 适用乙二胺四乙酸三钠的纯度试验 (3)。
- 干燥减量** 4.0% 以下 (1 g, 80°, 5 小时)。
- 定量法** 适用乙二胺四乙酸二钠的定量法。
 0.1mol/L 锌液 1 ml = 45.22 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

(九) 抗 氧 剂

1. 梣 酸 丙 酯

Propyl Gallate



性 状 本品为白色~淡褐黄色的结晶性粉末，无气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加氢氧化钠试液 10 ml 溶解，将它蒸馏得初馏液约 4 ml，此液体澄明，加热时，产生丙醇样的气味。

(2) 本品 0.1 g 加乙醇 5 ml 溶解后，加稀氯化铁试液 1 滴时，液体呈紫色。

熔 点 146~150° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.50g 溶于乙醇 10ml 时，液体的颜色，不得比 C 号比色液深。

(2) 氯化物 本品 1.5 g 加水 75 ml，加温至 70° 约 5 分钟后，冷却至 20°，过滤。取此滤液 25 ml 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，进行试验时，其限度在 0.028% 以下。此处比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 硫酸盐 取 (2) 的滤液 25 ml 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，试验时其限度为 0.038% 以下，比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(4) 重金属 从灼烧残分试验所得的残留物，加盐酸 1 ml 和硝酸 0.2 ml，在水浴上蒸发干涸，加稀盐酸 1 ml 和水 15 ml，加热溶解，冷后，加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液至液体呈微红色后，加稀醋酸 2 ml，必要时过滤，再加水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 40 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

干燥减量 1.5% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。

2. 乙二胺四乙酸三钠

Trisodium Edetate

$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{Na}_3\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 394.22

本品干燥后定量时，乙二胺四乙酸三钠 ($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{Na}_3\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为白色的结晶或结晶性粉末，没有气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠的定性反应。

- (2) 在 10 ml 本品的水溶液 (1→20) 中, 加氯化钙试液 1 ml 振摇混合, 再加草酸铵试液 2 ml 时, 溶液不产生沉淀。
- (3) 在 0.01 g 本品中加水 5 ml 溶解, 加铬酸钾溶液 (1→200) 2 ml, 在水溶上加热 2 分钟, 此时液体呈紫色。
- pH** 在 1.0 g 本品中加新煮沸冷却的去离子水 20 ml 溶解后的溶液, 其 pH 值为 7.0~9.0。
- 纯度试验** (1) 氰化物 在圆底烧瓶中加入 1.0 g 本品, 加 100 ml 水溶解, 加 10 ml 磷酸进行蒸馏。用 100 ml 量筒为受器并预先加入 0.5 N 氢氧化钠液 15 ml, 再用此液浸湿冷凝器的尖端, 全量蒸馏到 100 ml 作为试验溶液。取 20 ml 试验溶液于带塞试管中, 加 1 滴酚酞试液, 用稀醋酸中和, 加 pH 值为 6.8 的磷酸盐缓冲液 5 ml 及氯胺试液 (1→5) 1.0 ml 立即加塞并轻轻摇匀后, 放置 2~3 分钟, 加吡啶-吡啶酮试液 5 ml 充分混合, 在 20~30°下放置 50 分钟, 液体的颜色不比下边的比较液深。
- 比较液: 准确量取氰标准液 1.0 ml, 加 0.5 N 氢氧化钠液 15 ml 并加水准确定容至 1000 ml, 取该溶液 20 ml 于带塞试管中, 以下的操作与试验溶液相同。
- (2) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 2 法操作进行试验, 其允许范围在 15 ppm 以下。取用 3.0 ml 铅标准液为比较液。
- (3) 砷 取本品 1.0 g, 按第 1 法配制试验溶液, 用装置 A 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。但是, 水要加 20 ml。
- 干燥减量** 4.05 以下 (1 g, 80°, 5 小时)。
- 定量法** 适用乙二胺四乙酸二钠的定量法。
- 0.1 mol/L 锌液 1 ml = 39.422 mg $C_{10}H_{13}N_2Na_3O_8 \cdot 2 H_2O$

3. 丁基羟基茴香醚

Butylhydroxyanisol

$C_{11}H_{16}O_2$; 180.25

- 性 状** 本品为无色~微黄褐色结晶, 或块状物, 或为白色结晶性粉末。稍有特异的气味, 有刺激性味。
- 确认试验** (1) 本品的乙醇溶液 (1→100) 3 ml 加硼砂溶液 (1→50) 3 滴和 2,6-二氯醌氯亚胺的小结晶, 摇荡混合时, 液体呈青蓝色。
- (2) 适用二丁基对甲酚的确认试验 (2)。
- 熔 点** 57~63° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 0.5 g 加乙醇 10 ml 溶解时, 液体无色澄明。
- (2) 硫酸盐 本品 0.5 g 加丙酮 35 ml 溶解, 加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时其限度为 0.02% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.20 ml。
- (3) 重金属 适用二丁基对甲酚的纯度试验 (4)。

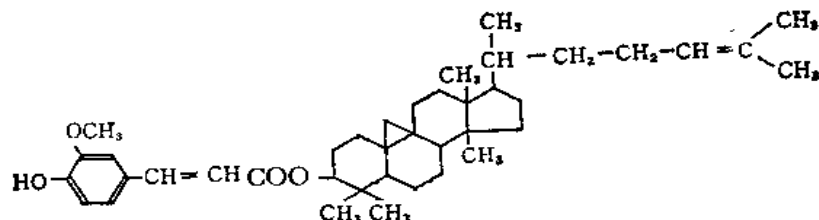
(4) 氯化铁呈色物 本品 1.0 g, 加乙醚和石油醚的等容混合液 20 ml, 水 10 ml, 和氢氧化钠试液 1 ml, 振荡混合后, 分离出水层。将水层用乙醚和石油醚的等容混合液很好洗涤后, 加稀盐酸至呈酸性, 用乙醚 10 ml 萃取, 乙醚萃取液用 5 ml 水洗涤后, 将乙醚在水浴上蒸发, 残留物滴加氯化铁溶液 (1→100) 2 滴时, 不呈色。

干燥减量 0.3% 以下 (5 g, 减压, 硅胶, 4 小时)。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2 g)。

4. γ -米谷酚

γ -Oryzanol



本品为水稻 (*Oryza Sativa* Linne) 米皮中所得, 主要成分为三萜烯醇 (环阿屯醇) 的 3-甲基-4-羟基桂酸酯。本品干燥物定量时, 环阿屯醇 (Cycloartenol) 的 3-甲基-4-羟基桂酸酯 ($C_{40}H_{58}O_4$; 602.90) 含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为白色~淡黄色结晶或结晶性粉末, 无气味, 或稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品的庚烷溶液 (1→100000) 的吸收光谱测定时, 在波长 231 ± 2 nm, 291 ± 2 nm, 315 ± 2 nm 处显示吸收的极大值。

(2) 本品 0.01 g 加氢氧化钾-乙醇试液 10 ml, 加温溶解时, 液体呈黄色。

(3) 本品 0.01 g 加丙酮 2 ml 溶解, 加氯化铁-乙醇溶液 (1→50) 0.1 ml 时液体呈黄绿色~绿色。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法调制试验溶液, 采用装置 A 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 3.0% 以下 (1 g, 105° , 1 小时)。

灼烧残分 0.5% 以下 (第 1 法, 0.5 g)。

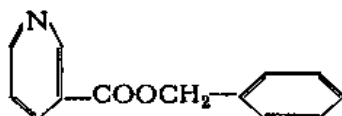
定 量 法 将本品干燥, 精确称量其约 0.01 g, 加庚烷溶解, 正确配成 100 ml, 正确量取此液 10 ml, 加庚烷至正好 100 ml。此液在 315 nm 附近有吸收的极大波长, 在此波长测定其吸光度 A。

$$\gamma\text{-米谷酚 } (C_{40}H_{58}O_4) \text{ 的量 (mg)} = \frac{A}{363} \times 10000$$

(十) 皮肤和毛根刺激剂

1. 烟酸苄酯

Benzyl Nicotinate



$C_{13}H_{11}NO_2$, 213.24

本品定量时, 烟酸苄酯 ($C_{13}H_{11}NO_2$) 的含量在 96.0% 以上。

性 状 本品为淡黄褐色~褐色的粘性液, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品 1 g 加 2, 4-二硝基氯苯 2 g 搅拌混合后, 取其 10 mg, 加热熔解, 冷后, 加氢氧化钾-乙醇试液 3 ml 时, 液体呈红色~紫红色。

(2) 本品 2 g 加氢氧化钾-乙醇试液 25 ml, 装好回流冷却器, 加热 10 分钟, 然后在水浴上小心加热浓缩至约 5 ml。冷后加水 15 ml 和乙醚 15 ml 振荡混合, 转移至分液漏斗, 好好振荡混合。分取乙醚层, 水层加水 15 ml 和乙醚 15 ml, 振荡混合, 将乙醚层合并。在水浴上小心将乙醚馏去。取残留物 1 滴, 加碳酸钠试液 1 ml 和高锰酸钾试液 1 ml, 加热时, 发生苯甲醛样的气味。

(3) 取 (2) 的水层 5 ml, 加稀硫酸中和后, 加硫酸铜试液 1 ml 放置时, 产生蓝色的沉淀。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解时, 液体是澄明的。

(2) 酸 本品 1.0 g 加中和的乙醇 10 ml 溶解, 加酚酞试液 2 滴和 0.1 N 氢氧化钠液 0.80 ml 时, 液体为红色。

(3) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法配制试验溶液, 采用装置 A 的方法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 精密称量本品约 2 g, 正确加入 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 25 ml, 装上回流冷却器, 在水浴上加热 1 小时。然后用 0.5 N 盐酸滴定过量的氢氧化钾 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。用同样的方法进行空白试验。

0.5 N 盐酸 1 ml = 106.62 mg $C_{13}H_{11}NO_2$

2. 姜 酊

Ginger Tincture

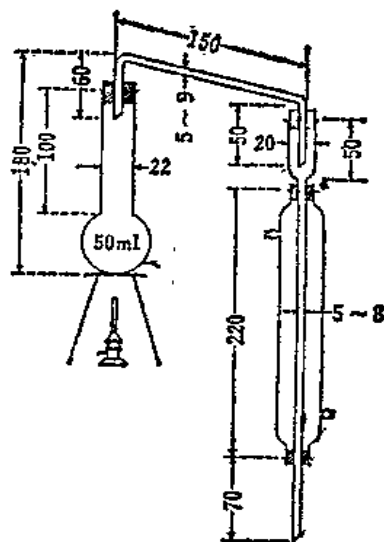
本品为生姜 [*Zingiber officinale* Roscoe (*Zingiberaceae*)] 根茎的乙醇浸出液酊剂。

本品 1000 ml, 按日本药典用生姜干粉 200 g, 加稀释乙醇 (7.4→10) 约 600 ml, 屡屡搅拌混合, 使可溶性成分充分溶出, 用布过滤, 残留物用稀释乙醇 (7.4→10) 少量洗涤, 压榨, 将浸出液和洗液合并, 放置 2 日后过滤, 再用稀释乙醇 (7.4→10) 加至全量为 1000 ml。

性 状 本品为带黄褐色的液体, 有特异的气味, 味辣。

醇 值 采用如图所示的装置, 在 15°, 准确量取本品 10 ml, 加入蒸馏烧瓶中, 加水 5 ml 后, 小心蒸馏至蒸出馏液 13 ml 为止。在馏液中加入碳酸钾 4~6 g, 强力摇荡混合。如水层不出现白浊, 则再加少量碳酸钾, 强力摇荡混合至水层出现白浊后, 在 15°水中放置 30 分钟, 测定分离出来的乙醇量, 其量在 6.6 ml 以上。

纯度试验 甲醇和丙酮 取测定醇值所得的馏分 1 ml, 按甲醇和丙酮试验法进行试验。



3. 辣 椒 酊

Capsicum Tincture

本品为辣椒 [*Capsicum annuum* Linné (*Solanaceae*)] 或其变种的果实用乙醇浸出后制得的酊剂。

本品根据日本药典将切碎的辣椒 100 g 加乙醇约 600 ml, 屡屡搅拌混合, 使可溶性成分充分溶出, 放置后用布过滤, 残留物用少量乙醇洗涤后压榨, 将浸出液和洗液合并, 放置 2 日后过滤, 再用乙醇加至全量为 1000 ml。

性 状 本品为黄红色透明液体, 味极辣。

醇 值 采用如上图所示的装置, 在 15°, 准确量取本品 10 ml, 加入蒸馏烧瓶中, 加水 5 ml 后, 小心蒸馏至蒸出馏液 13 ml 为止。在馏液中加入无水碳酸钾 4~6 g, 强烈摇荡混合。如水层不出现白浊, 则再加少量无水碳酸钾, 强烈摇荡混合至水层出现的白浊后, 在 15°水中放置 30 分钟, 测定分离出来的乙醇量, 其量在 9.7 ml 以上。

纯度试验 甲醇和丙酮 取测定醇值所得的醇份 1 ml, 按甲醇和丙酮试验法进行试验。

4. 斑 螫 酊

Cantharides Tincture

本品是将昆虫斑螫[*Epicauta gorhami* Marseul(*Meloidae*)]干燥后用乙醇浸出制得的酊剂。欲制本品 1000 ml, 先将斑螫干燥, 取粉碎的粗末 100 g, 加乙醇约 600 ml, 不时搅拌, 让可溶成分充分溶出, 用布过滤。然后将残留物用少量乙醇洗涤并压干, 合并浸出液及洗液, 放置 2 天后过滤, 滤液中再加乙醇至 1000 ml 即成。

性 状 本品为黄褐色液体, 有特殊的气味。

确认试验 本品中加等体积的水时, 液体变混浊。

醇 值 使用前图所示装置, 在 15°下准确量取本品 10 ml 放入蒸馏烧瓶中, 加 5 ml 醇水后进行蒸馏。小心蒸馏到馏出液满 13 ml 为止。加 4~6 g 无水碳酸钾于馏出液中, 剧烈振荡混合, 若水层没有形成白色混浊的话, 再加少量碳酸钾强烈振荡, 等水层混浊后, 在 15°的水中放置 30 分钟进行分离, 测定分离的乙醇部分, 其量在 9.1 ml 以上。

纯度试验 甲醇及丙酮 取按乙醇量测定法得到的乙醇 1 ml, 依据甲醇及丙酮试验法进行试验, 测定其量。

(十一) 酸、碱及盐

1. 盐 酸

Hydrochloric Acid

HCl, 36.46

本品定量时, 氯化氢(HCl)的含量为 35.0~38.0%。

性 状 本品为无色液体, 有刺激性气体。

确认试验 (1) 将蘸了氨水的玻璃棒靠近本品液面时, 产生浓的白色烟雾。
(2) 本品的水溶液 (1→100) 能使蓝色石蕊试纸变红, 并呈氯化物的定性反应。

相对密度 d_{4}^{20} : 1.18~1.19 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 硫酸盐 在 15 ml 本品中, 加水至 50 ml, 在 3.0 ml 此液中加入 5 ml 水及 5 滴氯化钡试液, 放置 1 小时, 此时液体不混浊。
(2) 亚硫酸盐 在 15 ml 本品中加水至 50 ml, 在 3.0 ml 此液中加入 5 ml 水及 1 滴碘试液时, 试液的颜色不消失。
(3) 溴和氯 在 15 ml 本品中加水至 50 ml, 取 10 ml 该液于带塞试管中, 加 5 滴碘化钾及 1 ml 氯仿, 振荡 1 分钟时, 氯仿层不呈紫色。

(4) 铁 在 20 g 本品中加硝酸钾 0.1 g, 在水浴上蒸发干涸, 在残留物中加盐酸 2 ml 并加水至 25 ml, 以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 0.5 ppm 以下。用 1.0 ml 铁标准溶液为比较液。

(5) 铅 取本品 10 g 在水浴上蒸发干涸, 在残留物中加稀盐酸 0.5 ml 及水 10 ml, 加热溶解后冷却, 以此作为试验溶液进行试验, 其允许范围在 1 ppm 以下。

(6) 砷 在 1.0 g 本品中加水 5 ml, 然后用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 2 ppm 以下。

定量法 在带塞的烧瓶中加入 20 ml 水并精确称其重量, 在烧瓶中加入本品约 3 ml, 再精确称重, 然后加水 25 ml, 用 1 N 氢氧化钠液进行滴定(指示剂: 甲基红试液 3 滴)。

1 N 氢氧化钠液 1 ml = 36.461 mgHCl

2. 氯化钾

Potassium Chloride

KCl, 74.55

本品干燥后定量时, 含氯化钾(KCl)在 99.0%以上。

性状 本品为无色~白色结晶或结晶性粉末, 没有气味, 有咸味。

确认试验 本品的水溶液(1→5)呈钾盐及氯化物的定性反应。

纯度试验 (1) 溶性 在 1.0 g 本品中加水 5.0 ml 溶解时, 液体无色透明。

(2) 酸或碱 在 5.0 g 本品中加新煮沸冷却的去离子水 50 ml 溶解, 加 3 滴酚酞试液时, 液体不呈红色。再加 0.50 ml 0.01 N 氢氧化钠试液时, 溶液呈红色。

(3) 溴化物或碘化物 在 2.0 g 本品中加水 6 ml 溶解, 加氯仿 1 ml, 边振摇边滴加氯胺试液 3 滴, 此时氯仿层呈紫色或橙红色。

(4) 钡 在 2.0 g 本品中加水溶解并加至 25 ml, 加稀盐酸 0.15 ml 及硫酸钠溶液(1→10)2 ml 充分摇匀, 放置 1 小时, 此时试验溶液的混浊程度不大于比较液。比较液采用 2.0 ml 钡标准液, 该溶液除不加试样外, 与试验溶液同样处理。

(5) 钙或镁 在 0.20 g 本品中加水 20 ml 溶解, 加氨水试液 2 ml、草酸铵试液 2 ml 及磷酸氢二钠试液 2 ml, 放置 5 分钟时, 溶液不混浊。

(6) 钠 1.0 g 本品中加水 20 ml 溶解, 进行焰色反应时, 持续的火焰不呈黄色。

(7) 铅 1.0 g 本品中加水 10 ml 溶解, 以此为试验溶液进行试验, 其允许范围在 10 ppm 以下。

(8) 铁 在 3.0 g 本品中加 2 ml 盐酸并加水至 25 ml, 以此作试验溶液进行试验, 其允许范围在 3 ppm 以下。用 0.9 ml 铁标准溶液为比较液。

(9) 砷 在 0.5 g 本品中加水 5 ml 溶解, 以此作试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 4 ppm 以下。

干燥减量 1.0% 以下 (0.5 g, 130°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.25 g 于带塞的烧瓶中, 加水 50 ml 溶解, 边振摇边加 3 ml 硝基苯。再准确加 0.1 N 硝酸银溶液 50 ml, 强烈振荡后, 将过量的硝酸银用 0.1 N 硫氰酸铵标准溶液进行滴定 (指示剂: 硫酸亚铁铵试液 2 ml)。用同样的方法做空白试验。

0.1 N 硝酸银试液 1 ml = 7.455 mgKCl

3. 氯化钠

Sodium Chloride

NaCl; 58.44

本品干燥后定量时, 氯化钠 (NaCl) 含量在 99.5% 以上。

性状 本品为无色或白色立方体结晶或者结晶粉末, 没有气味有咸味。

确认试验 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐及氯化物的特性反应。

纯度试验 (1) 溶状 在 1.0 g 本品中加 5.0 ml 水溶解时, 液体无色透明。

(2) 酸或碱 在 5.0 g 本品中。加新煮沸冷却的去离子水 50 ml 溶解, 加 3 滴酚酞试液时, 溶液不呈红色。此溶液中加入 0.01 N 氢氧化钠液 0.50 ml 时, 呈现红色。

(3) 溴化物或碘化物 在 2.0 g 本品中加 6 ml 水溶解, 加氯仿 1 ml, 边振荡边加氯胺试液 3 滴, 此时氯仿层不现紫色或橙红色。

(4) 重金属 在 5.0 g 本品中加 30 ml 水溶解, 加稀醋酸 2 ml 并加水至 50 ml。以此作试验溶液按第 4 法进行试验, 其允许范围在 5 ppm 以下。用 2.5 ml 铅标准液为比较液。

(5) 砷 在 0.5 g 本品中加 5 ml 水溶解, 以此作试验溶液, 用装置 C 依法进行试验, 其允许范围在 4 ppm 以下。

干燥减量 1.0% 以下 (0.5 g, 130°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.25 g 放入带塞烧瓶中, 加 50 ml 水溶解, 边振荡边加硝酸 3 ml 及硝基苯 3 ml, 再准确加 0.1 N 硝酸银液 50 ml, 剧烈振荡后, 过量的硝酸银用 0.1 N 硫氰酸铵液滴定 (指示剂: 硫酸亚铁铵试液 2 ml)。用同样的方法做空白试验。

0.1 N 硝酸银液 1 ml = 5.844 mgNaCl

Ferric Chloride

本品定量时，氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的含量在 99.0% 以上。

确认试验 本品的水溶液(1→10)呈氯化物及铁的定性反应。

(2) 游离酸 在 2.0 g 本品中加水 50 ml 摇匀, 将蘸氨水的玻璃棒放进试液时, 不冒烟。

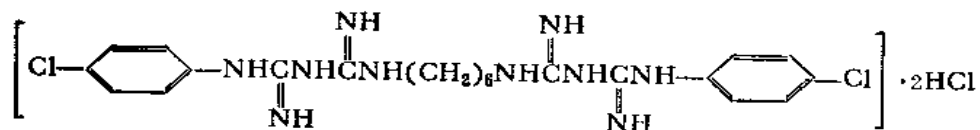
(4) 游离氯 即使将碘化钾淀粉纸靠近本品亦不变蓝。

(6) 碱土类金属及碱金属 在 20 ml(3) 滤液中加硫酸 0.5 ml 并蒸发干涸。将残留物灼烧(600°)至恒重, 其量在 1 mg 以下。

定量法 精确称取本品约 1 g，加 50 ml 水溶解，再加盐酸 3 ml 及碘化钾 3 g，密闭后在阴凉处放置 30 分钟，然后加 100 ml 水，用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定（指示剂：淀粉试液 1 ml）。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 27.030 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

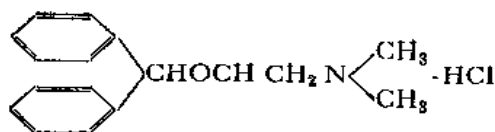
Chlorhexidine Hydrochloride



本品干燥后定量时,应含氯己烷盐酸盐($C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$)在 97.5% 以上。

- 性 状** 本品为白色结晶性粉末，没有气味。
- 确认试验** (1) 在 0.1 g 本品中加十四烷基三甲基溴化铵溶液(1→5) 5 ml，加热溶解，再加溴液 1 ml 及氢氧化钠溶液(1→5) 1 ml，此时液体呈深红色。
 (2) 在 0.3 g 本品中加稀盐酸(1→2) 10 ml 溶解，加水 40 ml 后过滤，将滤液用冰水冷却。边搅拌边加氢氧化钠溶液(1→5) 1 ml，一直到溶液对钛黄试纸微现碱性，然后进行过滤。残留物用水洗涤到洗液呈中性为止，再以稀乙醇(7→10)为溶剂重结晶。测其熔点(第 1 法)应为 130~134°。
 (3) 在 1 g 本品中，加水 10 ml，其过滤液呈氯化物的定性反应。
- 纯度试验** (1) 重金属 取本品 2.0 g，按第 2 法操作进行试验，其允许范围在 10 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。
 (2) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法制备试验溶液，用装置 A 依法进行试验，其允许范围在 2 ppm 以下。
 (3) 对氯苯胺在 0.2 g 本品中加稀盐酸 4 ml 溶解，加水 5 ml 及稀盐酸 2 ml 摇匀，用冰水冷却到 5°以下。该溶液中加入亚硝酸钠试液 0.5 ml 摇匀，放置 2 分钟，再加氨基磺酸铵溶液(1→40) 4 ml 充分摇匀，放 1 分钟后加盐酸 N-(1-萘基) 乙二胺溶液(1→1000) 5 ml 及乙醇 1 ml 并加水至 50 ml，放置 30 分钟。此时溶液的颜色不大于下面的比较液。
 比较液：在 2.0 ml 对氯苯胺溶液(1→2000)中加水 5 ml 及稀盐酸 6 ml，该液之后的操作与上同。
- 干燥减量** 2.0%以下 (1 g, 130°, 2 小时)。
- 灼烧残分** 0.10%以下 (第 3 法, 1 g)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称取约 0.2 g，加甲酸 2.0 ml 溶解，加无水醋酸 60 ml，用 0.1 N 过氯酸滴定 (电位差法)。用同样的方法做空白试验校正。
 0.1 N 过氯酸 1 ml = 14.459 mg C₂₂H₃₀Cl₂N₁₀·2 HCl

6. 二苯基醇胺盐酸盐 Diphenylhydramine Hydrochloride



C₁₇H₂₁NO·HCl; 291.82

本品干燥后定量时，二苯基醇胺盐酸盐 (C₁₇H₂₁NO·HCl) 的含量在 98.0% 以上。

- 性 状** 本品为白色结晶或结晶性粉末，没有气味。
- 确认试验** (1) 在 5 ml 本品水溶液(1→100)中，加 5 滴雷纳克盐试液时，产生淡红色的沉淀。
 (2) 在 10 ml 本品水溶液(1→100)中，滴加苦味酸试液 10 ml，放置 30 分

	钟, 滤取沉淀, 以稀乙醇为溶剂重结晶, 在 105°下干燥 30 分钟后, 测其熔点(第 1 法)为 128~133°。
	(3) 本品的水溶液(1→50)呈氯化物的定性反应。
pH	在 2.0 g 本品中加新煮沸冷却的去离子水 20 ml 溶解, 该液的 pH 值为 4.0~5.5。
熔 点	166~170° (第 1 法)。
纯度试验	重金属 取本品 1.0 g, 按第 1 法操作进行试验, 其允许范围在 20 ppm 以下。用 2.0 ml 铅标准液为比较液。
干燥减量	0.5%以下 (2 g, 105°, 3 小时)。
灼烧残分	0.10%以下 (第 1 法, 1 g)。
定 量 法	将本品干燥, 精确称取约 0.6 g, 加无水醋酸-非水滴定用冰醋酸混合液(7:3)50 ml 溶解, 用 0.1 N 过氯酸进行滴定(电位差法)。用同样的方法做空白试验校正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 29.182 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$

7. 冰 醋 酸

Glacial Acetic Acid

CH_3COOH

$C_2H_4O_2$: 60.05

	本品定量时, 醋酸($C_2H_4O_2$)含量在 99.0%以上。
性 状	本品为无色澄明挥发性液体, 或为无色或白色结晶块, 有刺激性的特异气味。
确认试验	(1) 本品的水溶液(1→3)使蓝色石蕊试纸变为红色。 (2) 本品的水溶液(1→3), 呈醋酸盐的定性反应。
相对密度	d_{44}^{20} : 约 1.049。
凝 固 点	14.5°以上。
纯度试验	(1) 氯化物 本品 10 ml 加水至 100 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 10 ml 加硝酸银试液 5 滴, 液体不产生混浊。 (2) 硫酸盐 取(1)的试验溶液 10 ml, 加氯化钡试液 1 ml 时, 液体不产生混浊。 (3) 重金属 本品 2.0 ml, 在水浴上蒸发至干涸, 残留物加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。 (4) 高锰酸钾还原性物质 取(1)的试验溶液 20 ml, 加 0.1 N 高锰酸钾液 0.10 ml 时, 液体的红色在 30 分钟内不消失。 (5) 蒸发残留物 将本品 10 ml 在水浴上蒸发至干涸, 在 105°干燥 1 分钟时, 其量在 1.0 mg 以下。
定 量 法	在通用塞烧瓶中加水 10 ml 精确称重, 加入本品约 1.5 g, 再精确称重, 然

后加水 30 ml, 用 1 N 氢氧化钠滴定 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。

1 N 氢氧化钠液 1 ml = 60.05 mg C₂H₄O₂

8. 醋 酸 钙

Calcium Acetate

Ca(CH₃COO)₂·H₂O

C₄H₆CaO₄·H₂O; 176.18

本品定量时, 醋酸钙(C₄H₆CaO₄·H₂O)含量为 98.0~105.0%。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 稍有醋酸样气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液(1→20)呈钙盐的定性反应。

(2) 本品呈醋酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 酸或碱 本品 2.0 g 加新煮沸后冷却的水 25 ml 溶解, 加酚酞试液 3 滴时, 液体不呈红色。此外, 在此液中加入 0.1 N 氢氧化钠液 0.35 ml 时, 液体呈红色。

(2) 氯化物 本品 2.0 g 加水 40 ml 溶解, 加稀硝酸 6 ml 和水成为 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.005% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。

(3) 铅 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 5 ppm 以下。

(4) 砷 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C 如法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

定 量 法 精确称取本品约 1 g, 加水溶解成为 100 ml。取此液 20 ml, 加水 80 ml 和 pH 为 12.8 的氢氧化钠-氰化钾缓冲液 5 ml 后, 用 0.05 mol/L EDTA 二钠液滴定 (指示剂: NN 指示剂 0.1 g)。滴定的终点, 为液体的颜色由红色变为蓝色之点。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 8.809 mg C₄H₆CaO₄·H₂O

9. 磷 酸

Phosphoric Acid

H₃PO₄; 98.00

本品定量时, 磷酸(H₃PO₄)含量在 85.0% 以上。

性 状 本品为无色透明粘性液体, 无气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液(1→20)呈酸性。

(2) 在本品水溶液(1→20)中, 加酚酞试液 2 滴, 滴加氢氧化钠试液中 和后的液体, 呈磷酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 硫酸盐 取本品 5.0 g 加水至 50 ml, 作为试验溶液。取试验溶液 6 ml,

进行试验时,其限度为 0.028% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.35 ml。

(2) 重金属 取(1)的试验溶液 20 ml 加酚酞试液 2 滴,滴加氨水试液至液体呈微红色为止。再加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml 作为试验溶液,按照第 4 法进行试验时,其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 取(1)的试验溶液 4 ml,采用装置 C,按方法进行试验时,其限度为 5 ppm 以下。

(4) 高锰酸钾还原性物质 取本品 7.0 g 加水 5 ml 溶解,加 0.1 N 高锰酸钾液 0.20 ml 在水浴上加热 10 分钟,液体的红色不消失。

定量法 精确称取本品约 1 g,加水 30 ml 和氯化钠 5 g,保持 15°,用 1 N 氢氧化钠滴定(指示剂:百里酚蓝试液 5 滴)。滴定的终点为液体从黄色转变为蓝色。

1 N 氢氧化钠 1 ml = 49.00 mg H_3PO_4

10. 磷酸氢钙

Calcium Phosphate, Dibasic

$\text{CaHPO}_4 \cdot 0 \sim 2 \text{H}_2\text{O}$

本品干燥物定量时,磷酸氢钙(CaHPO_4 ; 136.06)含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末,无气味;无味道。

确认试验 (1) 本品 0.1 g 加稀释盐酸(1→6) 10 ml,加温溶解后,滴加氨水试液 2.5 ml 并摇荡混合后,再加草酸铵试液 5 ml 时,产生白色沉淀。

(2) 本品 0.1 g 加稍稍过量的硝酸,加温溶解后,加钼酸铵试液时,产生黄色沉淀。

纯度试验 (1) 酸不溶物 0.1% 以下(5 g)。

(2) 氯化物 本品 0.10 g 加水 10 ml 和硝酸 1 ml 溶解,过滤。滤液中加稀硝酸 5 ml 和水成为 50 ml,作为试验溶液,进行试验时,其限度在 0.25% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.70 ml。

(3) 硫酸盐 本品 1.0 g 加少量稀盐酸溶解,加水至 100 ml 过滤。取此液 10 ml,加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml,以此作为试验溶液。进行试验时,其限度在 0.48% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 1.0 ml。

(4) 碳酸盐 本品 1.0 g 加水 5 ml,摇荡混合,加盐酸 2 ml 时,液体无泡沫产生。

(5) 钡盐 本品 0.5 g 加水 10 ml 加热,在摇动混合下滴加盐酸使溶解,过滤。在滤液中加入硫酸钾试液 2 ml,放置 10 分钟时,液体不变混浊。

(6) 重金属 本品 0.65 g 加水 5 ml 和稀盐酸 5 ml,加温溶解,冷后,加氨水试液至有少量沉淀生成为止,滴加少量稀盐酸使沉淀溶解,加 pH 为 3.5 的盐酸-醋酸铵缓冲液 10 ml 和水配成 50 ml,作为试验溶液。按第 4 法的操作法进行试验,其限度为 31 ppm 以下。比较液为 pH 3.5 的盐酸-醋酸铵缓冲液 10 ml,铅标准液 2.0 ml 和水配成 50 ml。

(7) 砷 本品 0.40 g 加稀盐酸 5 ml, 加热溶解, 以此作为试验溶液, 用装置 C 按方法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。

(8) 氟 0.0006% 以下。

干燥减量 22.0% 以下 (1 g, 200°, 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取 0.4 g, 加稀盐酸 12 ml 使溶解, 加水至 200 ml, 取此液 20 ml, 加 pH 为 10 的氨水-氯化铵缓冲液 5 ml 和水 50 ml。然后加 0.02 mol/L EDTA 二钠液 25 ml, 过量的 EDTA 二钠用 0.02 mol/L 醋酸锌液滴定 (指示剂: 羊毛铬黑 T-氯化钠指示剂 0.025 g)。用同样的方法进行空白试验, 滴定的终点, 为液体从蓝色变为紫蓝色。

0.02 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 2.7212 mgCaHPO₄

11. 牙膏用磷酸氢钙

Calcium Phosphate, Dibasic Dental Grade

本品为在磷酸氢钙中, 添加磷酸、焦磷酸或多磷酸的碱金属盐或镁盐后制得的产品。本品干燥物定量时, 磷酸氢钙 (CaHPO₄; 136.06) 含量在 93.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 无味道。

确认试验 (1) 适用磷酸氢钙的确认试验 (1) 和 (2)。

(2) 本品 20 g 每次加入少量稀释甘油溶液 (85→100) 搅拌混合成为糊状, 共加 15~30 ml。倒入试验管 (内径 25 mm, 长度 150 mm) 至高度 3 cm 为止, 在水浴上加热 15 分钟后, 放冷时不产生固化。

纯度试验 适用磷酸氢钙的纯度试验。

干燥减量 22.0% 以下 (1 g, 200°, 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.6 g, 加稀盐酸 6 ml 使溶解, 加水至 200 ml。取此液 20 ml, 加 0.02 mol/L 乙二醇醚二胺四乙酸液 25 ml, 8 N 氢氧化钾试液 1.5 ml 和牙膏用硫酸镁试液 1 ml, 平静地煮沸 5 分钟, 冷后, 加水至 100 ml, 在此液中加入 EDTA 钙二钠 0.5 g, 搅拌混合溶解后, 将过量的乙二醇醚二胺四乙酸用 0.02 mol/L 碳酸钙液滴定 (指示剂: NN 指示剂 0.1 g)。滴定的终点, 为液体从蓝色变为蓝紫色。用同样的方法进行空白试验。

0.02 mol/L 乙二醇醚二胺四乙酸液 1 ml = 2.7212 mgCaHPO₄

12. 磷酸二氢钾

Potassium Phosphate, Monobasic

KH₂PO₄; 136.09

本品干燥物定量时, 磷酸二氢钾 (KH₂PO₄) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色结晶或白色结晶性粉末, 无气味。

- 确认试验** (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈酸性。
 (2) 本品的水溶液 (1→20) 呈钾盐和磷酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 液体无色而几乎澄明。
 (2) 氧化物 取本品 1.0 g, 进行试验时, 其限度在 0.010% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。
 (3) 硫酸盐 取本品 1.0 g, 进行试验时, 其限度在 0.019% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。
 (4) 重金属 本品 1.0 g 加水 30 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 作为试验溶液, 按照第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。
 (5) 砷 本品 0.5 g 加稀硫酸 10 ml 溶解, 作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 4 ppm 以下。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (5 g, 105°, 4 小时)。
- 定量法** 将本品干燥, 精确称取约 3 g, 加水 30 ml 溶解, 加氯化钠 5 g, 振荡混合使溶解。保持温度约 15°, 用 1 N 氢氧化钠溶液滴定 (指示剂: 百里酚蓝试液 5 滴)。滴定的终点为液体从黄色转变为蓝色。
 1 N 氢氧化钠液 1 ml = 136.09 mgKH₂PO₄

13. 磷酸氢二钠

Sodium Phosphate, Dibasic

Na₂HPO₄·12 H₂O; 358.14

- 性状** 本品干燥物定量时, 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄; 141.96) 含量在 98.0% 以上。
 本品为无色~白色结晶, 无气味。
- 确认试验** 本品水溶液 (1→10) 呈钠盐的定性反应和磷酸盐的定性反应。
- pH** 本品 1.0 g 加新煮沸后冷却的水 50 ml 溶解, 溶液的 pH 为 9.0~9.4。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 溶液无色澄明。
 (2) 氯化物 本品 1.0 g 加稀硝酸 7 ml 和水溶解, 配成 50 ml, 作为试验溶液, 进行氯化物试验时, 其限度在 0.014% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。
 (3) 硫酸盐 本品 0.50 g 用稀盐酸 2 ml 和水溶解配成 50 ml, 作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.038% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。
 (4) 碳酸盐 本品 2.0 g 加水 5 ml 煮沸。冷后, 加盐酸 2 ml 时, 液体不发生泡沫。
 (5) 重金属 本品 2.0 g 加醋酸 4 ml 和水溶解, 配成 50 ml 作为试验溶液, 按照第 4 法进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。比较液取用稀醋酸 2.0 ml 和铅标准液 2.0 ml。

(6) 砷 本品 0.50 g 加水 5 ml 溶解。以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度为 4 ppm 以下。

干燥减量 57.0~61.0% (10 g, 开始时 40°, 3 小时, 然后 105°, 5 小时)。

定量法 将本品干燥后, 精确称取约 3 g, 加水 50 ml 溶解, 保持 15°, 用 1 N 硫酸滴定 (指示剂: 甲基橙-XylenecyanolFF 试液 3~4 滴)。滴定的终点为液体从绿色转为带暗绿的红紫色。

1 N 硫酸 1 ml = 141.96 mgNa₂HPO₄

14. 磷酸二氢钠 Sodium Phosphate, Monobasic

NaH₂PO₄·2 H₂O: 156.01

本品干燥物定量时, 磷酸二氢钠 (NaH₂PO₄: 119.98) 含量在 98.0% 以上。

性状 本品为无色~白色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈酸性。

(2) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应和磷酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 10 g 溶于 20 ml 水时, 液体为无色, 几乎是澄明的。

(2) 氯化物 取本品 1.0 g 进行试验时, 其限度为 0.014%。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 硫酸盐 取本品 0.50 g 进行试验时, 其限度为 0.038% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(4) 重金属 本品 1.0 g 加水 30 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml 作为试验溶液, 用第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2 ml。

(5) 砷 本品 0.50 g 加稀硫酸 5 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时其限度为 4 ppm 以下。

干燥减量 18.0~24.0% (5 g, 180°, 1 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 2.5 g, 加水 30 ml 溶解, 加氯化钠 5 g 使溶解后, 在 15° 保温, 用 1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 百里酚蓝试液 5 滴)。滴定的终点为液体从黄色变为蓝色。

1 N 氢氧化钠液 1 ml = 119.98 mgNaH₂PO₄

15. 磷酸三钠
Sodium Phosphate, Tribasic

$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 380.12

本品干燥物定量时,磷酸三钠(Na_3PO_4 ; 163.94)含量为99.0~103.0%。

性 状

本品为无色~白色结晶,或为白色结晶性粉末,无气味。

确认试验

(1) 本品的水溶液(1→20)呈碱性。

(2) 本品的水溶液(1→20)呈钠盐的定性反应(1)、(2)和磷酸盐的定性反应。

纯度试验

(1) 溶状 适用焦磷酸钠的纯度试验(1)。

(2) 氯化物 本品1.50 g加水溶解为100 ml,取此液10 ml,加稀硝酸6 ml,以此作为试验溶液,进行试验时其限度在0.36%以下。比较液取用0.01 N盐酸0.50 ml。

(3) 硫酸盐 取本品0.50 g,进行试验时,其限度为0.03%以下。比较液取用0.01 N硫酸0.30 ml。

(4) 碳酸盐 适用焦磷酸钠的纯度试验(4)。

(5) 重金属 本品1.0 g溶于20 ml水,加稀醋酸中和后,再加稀醋酸2 ml,加水至50 ml作为试验溶液。按照第4法进行试验时,其限度为20 ppm以下。比较液取用铅标准液2.0 ml。

(6) 砷 本品1.0 g加水30 ml溶解,取此液20 ml作为试验溶液,采用装置C,按方法进行试验时,其限度为3.0 ppm以下。

干燥减量

55.0~58.0% (5 g,开始时120°2小时,然后在200°干燥5小时)。

定量法

将本品干燥,精确称取约2 g,加水50 ml溶解,保持在约15°,用1 N盐酸滴定(指示剂:甲基橙-XylenecyanolFF试液3~4滴)。滴定的终点为液体自灰绿色转变为灰色的转变点。

1 N 盐酸 1 ml = 81.97 mg Na_3PO_4

16. 无水磷酸三钠
Sodium Phosphate, Tribasic Anhydrous

Na_3PO_4 , 163.94

本品干燥物定量时,无水磷酸三钠(Na_3PO_4)含量为99.0~103.0%。

性 状

本品为白色粉末或粒子,无气味。

确认试验

(1) 本品的水溶液(1→20)呈碱性。

(2) 本品的水溶液(1→20)呈钠盐的定性反应和磷酸盐的定性反应。

纯度试验

(1) 溶状 适用焦磷酸钠的纯度试验(1)。

(2) 氯化物 本品0.3 g,加水100 ml溶解,取此液10 ml,加稀硝酸6 ml,

以此作为试验溶液,进行氯化物试验时,其限度为0.71%以下。比较液取用0.01 N 盐酸0.60 ml。

(3) 硫酸盐 适用焦磷酸钠的纯度试验(3)。

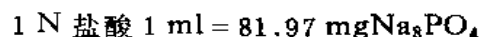
(4) 碳酸盐 适用焦磷酸钠的纯度试验(4)。

(5) 重金属 本品0.1 g溶于20 ml水,用稀醋酸中和,然后再加稀醋酸2 ml,加水至50 ml,作为试验溶液。按照第4法进行试验时,其限度为40 ppm以下。比较液取用4.0 ml铅标准液。

(6) 砷 本品0.4 g用水10 ml溶解,以此作为试验溶液,采用装置C按方法进行试验时,其限度为5 ppm以下。

干燥减量 5.0%以下(3 g,开始时120°干燥2小时,然后在200°干燥5小时)。

定量法 适用磷酸三钠的定量法。



17. 偏磷酸钠

Sodium Metaphosphate

本品干燥物定量时,五氧化二磷(P_2O_5 ; 141.94)含量为65.0~83.0%。

性 状 本品为无色~白色玻璃状的块或片,或为白色纤维状结晶。

确认试验 (1) 本品的水溶液(1→20),呈钠的定性反应(1)和(2)。

(2) 取本品的水溶液(1→40) 5 ml,用稀醋酸或氢氧化钠试液调至弱酸性,在其中加入由卵白10 g和水40 ml摇荡混合后的液体5 ml,产生白色沉淀。

纯度试验 (1) 适用多聚磷酸钠的纯度试验(1)、(3)、(4)和(5)。

(2) 硫酸盐 适用多聚磷酸钠的纯度试验(2),但其限度为0.028%以下。比较液取用0.01 N 硫酸0.30 ml。

干燥减量 5.0%以下(2 g, 110°, 4小时)。

定量法 适用多聚磷酸钠的定量法。

$$\text{P}_2\text{O}_5(\text{mg}) = \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7(\text{mg}) \times 0.6377$$

18. 多聚磷酸钠

Sodium Polyphosphate

本品干燥物定量时,五氧化二磷(P_2O_5 ; 141.94)含量为53.0~80.0%。

性 状 本品为无色~白色玻璃状块或片,或为白色粉末。

确认试验 (1) 本品的水溶液(1→20),呈钠盐的定性反应。

(2) 本品0.1 g加水10 ml溶解,加稀醋酸使成弱酸性,加硝酸银试液1 ml时,生成白色沉淀。

(3) 本品的水溶液(1→40) 5 ml,加稀醋酸或氢氧化钠试液成为弱酸性溶液。在其中,加入由卵白10 g和水40 ml摇荡混合后的液体5 ml时,不产

生白色沉淀。

- 纯度试验**
- (1) 氯化物 取本品 0.10 g 进行试验时, 其限度在 0.21% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.60 ml。
- (2) 硫酸盐 本品 0.50 g 加水 30 ml 和稀盐酸 2 ml, 煮沸 1 分钟使溶解, 冷后, 以此作为试验溶液。试验进行时, 其限度为 0.048% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.50 ml。
- (3) 正磷酸盐 本品粉末 1g, 加硝酸银试液 2~3 滴, 不呈黄色。
- (4) 重金属 本品 0.50 g 加水 30 ml 溶解, 用稀盐酸或氨水溶液中和。加稀醋酸 2 ml 和水成为 50 ml, 以此作为试验溶液。用第 4 法进行试验时, 其限度为 40 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- (5) 砷 本品 0.40 g 加水 5 ml 溶解。以此作为试验溶液, 采用装置 C 按方法进行试验时, 其限度在 5 ppm 以下。

干燥减量 5.0% 以下 (2 g, 110°, 4 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取 0.5 g, 加硝酸 25 ml 和水 60 ml 煮沸 30 分钟, 冷后, 加水至 100 ml。在此液 20 ml 中加镁试液 15 ml, 用浓氨水中和, 再加浓氨水 15 ml, 放置 4 小时。将生成的沉淀滤出, 用氨水试液洗至滤液不含氯化物为止。将滤纸和沉淀物干燥, 灼烧至恒重, 称量, 得焦磷酸镁 ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$; 222.59) 的量。

五氧化二磷 (P_2O_5) 的量 = 焦磷酸镁 ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$) 量 (mg) \times 0.6377

19. 焦磷酸钠

Sodium Pyrophosphate

$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$; 446.05

本品干燥物定量时, 焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$; 265.90) 含量在 98.0% 以上。

性状 本品为无色~白色结晶, 或为白色结晶粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈碱性。

(2) 本品 0.1 g 加水 10 ml 溶解, 加稀醋酸至呈弱酸性, 加硝酸银试液 1 ml 时, 有白色沉淀生成。

(3) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 液体无色, 几乎澄明。

(2) 氯化物 本品 0.1 g 加水 30 ml 溶解, 振荡混合, 滴加稀硝酸 6 ml 后, 过滤, 残留物水洗后, 将滤液和洗液合并, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.11% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。

(3) 硫酸盐 本品 0.50 g 加水 30 ml 溶解, 滴加稀盐酸 3 ml 并振荡混合, 过滤, 残留物用水洗, 将滤液和洗液合并, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.038% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(4) 碳酸盐 本品 2.0 g 加水 5 ml 溶解, 煮沸后冷却, 加盐酸 2 ml 时, 液体不发生气泡。

(5) 正磷酸 本品的粉末 1.0 g 滴加硝酸银试液 2~3 滴时不呈显著的黄色。

(6) 重金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 加稀醋酸中和, 再加稀醋酸 2 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。

(7) 砷 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 4 ppm 以下。

干燥减量 42.8% 以下 (6 g, 110°, 4 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 3 g, 加水 75 ml 溶解, 保持约 15°, 用 1 N 盐酸滴定 (指示剂: 甲基橙-XylenecyanolFF 试液 3~4 滴) 滴定的终点, 为液体从灰绿色变为铅灰色。

1 N 盐酸 1 ml = 132.95 mgNa₄P₂O₇

20. 无水焦磷酸钠

Sodium Pyrophosphate, Anhydrous

Na₄P₂O₇; 265.90

本品干燥物定量时, 焦磷酸钠 (Na₄P₂O₇) 含量在 97.0% 以上。

性状 本品为白色粉末或块状物, 无气味。

确认试验 适用焦磷酸钠的确认试验。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 液体无色, 几乎澄明或稍有混浊。

(2) 氯化物 本品 0.10 g 加水 30 ml 溶解, 滴加稀硝酸 6 ml 并摇荡混合后, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液进行试验时, 其限度为 0.22% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.60 ml。

(3) 硫酸盐 适用焦磷酸钠的纯度试验 (3)。

(4) 碳酸盐 适用焦磷酸钠的纯度试验 (4)。

(5) 正磷酸盐 适用焦磷酸钠的纯度试验 (5)。

(6) 重金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 加稀醋酸中和, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 40 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

(7) 砷 适用焦磷酸钠的纯度试验 (7)。

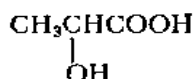
干燥减量 5.0% 以下 (4 g, 110°, 4 小时)。

定量法 适用焦磷酸钠的定量法。

1 N 盐酸 1 ml = 132.95 mgNa₄P₂O₇

21. 乳 酸

Lactic Acid



$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$: 90.08

本品为乳酸和乳酸酐的混合物,定量时,乳酸($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$)含量为 85.0~92.0%。

性 状

本品为无色~淡黄色的澄明粘性液体,无气味,或稍有特异的气味。

确认试验

本品的水溶液(1→50)使蓝色石蕊试纸变红色,呈乳酸盐的定性反应。

纯度试验

(1) 溶状 本品 10 ml, 加乙醚 12 ml 溶解时, 液体澄明。

(2) 氯化物 取本品 1.0 g, 进行试验时, 其限度为 0.036% 以下。比较液 取用 0.01 N 硫酸 1.0 ml。

(3) 硫酸盐 取本品 2.0 g, 进行试验时, 其限度为 0.010% 以下。比较液 取用 0.01 N 硫酸 1.0 ml。

(4) 重金属 取本品 2.0 g 加水 10 ml 和酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液至液体呈微红色为止。再加稀醋酸 2.0 ml 和水至 50 ml。以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 铁 取本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解, 加盐酸 1 滴摇荡混合后, 加亚铁氰化钾试液 3 滴时, 不立即呈现蓝色。

(6) 糖类 取本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 加氢氧化钠试液至呈中性。加费林试液 10 ml 煮沸 5 分钟时, 不产生红色沉淀。

(7) 柠檬酸、草酸、磷酸或酒石酸 取本品 1.0 g 加水 1.0 ml, 再加氢氧化钙试液 40 ml 煮沸 2 分钟时, 液体无变化。

(8) 挥发性脂肪酸 将本品加温时, 不发生醋酸或丁酸等气味。

(9) 氰化物 取本品 5.0 g 置于三角烧瓶中, 将联苯胺铜纸悬垂于液体上方, 轻塞后在水浴 50° 加温 15 分钟时, 联苯胺铜纸不呈蓝色。

(10) 硫酸呈色物 取本品 5 ml 保持 15°, 另外, 取 94.5~95.5% 硫酸 5 ml 预先保持在 15°, 将本品慢慢层积在硫酸之上。在 15° 放置 15 分钟时, 在界面不产生暗色的轮带。

灼烧残分

0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法

在三角烧瓶中精确称取本品约 3 g, 准确加入 1 N 氢氧化钠液 40 ml, 盖上表面皿, 在水浴上加热 10 分钟, 立即用 1 N 硫酸滴定过量的氢氧化钠 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。用同样的方法进行空白试验。

1 N 氢氧化钠液 1 ml = 90.08 mg $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$

22. 乳酸钠溶液

Sodium Lactate Solution

本品定量时，乳酸钠 ($C_3H_5O_3Na$; 112.06) 含量相当于表示量的 97.0~103.0%。

性 状

本品为无色透明粘性液体，无气味，或稍有特异气味。

确认试验

本品的水溶液 (1→20) 呈乳酸盐和钠盐的定性反应。

pH

本品 4 g 加新煮沸的冷水 20 ml，液体的 pH 为 6.5~7.5。

纯度试验

(1) 氯化物 取本品 2.0 g，进行试验时，其限度为 0.007% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(2) 硫酸盐 取本品 1.0 g，进行试验时，其限度在 0.012% 以下。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加稀醋酸 2 ml 和水成为 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度 20 ppm 以下。

(4) 铁 适用乳酸的纯度试验 (5)。

(5) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验，其限度在 2 ppm 以下。

(6) 挥发性脂肪酸盐 本品 5.0 g 加硫酸 2 ml 加温时，不发生醋酸或丁酸样的气味。

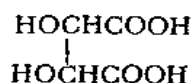
定 量 法

精确称量本品约 3 g，置于直径 20~30 mm 的瓷坩埚或铂坩埚中，开始时加热极慢，然后慢慢升高温度，约经 2 小时加热达到完全炭化。加热温度达到坩埚呈暗红色的程度 (300~400°)。冷后，将炭化物用玻璃捣碎，将坩埚和炭化物一起放入烧杯中，加水约 50 ml 后，加 0.5 N 硫酸 50 ml 盖上表面皿，在水浴上加热 1 小时后，过滤。如果滤液有着色，需采取新的试料，进行充分炭化。烧杯、坩埚和滤纸上的残留物用温水很好洗涤。洗至蓝色石蕊试纸不变红色为止，将洗液和滤液合并，过量的硫酸用 0.5 N NaOH 液滴定 (指示剂：甲基红试液 3 滴)。用同样方法进行空白试验。

0.5 N 硫酸 1 ml = 56.03 mg $C_3H_5O_3Na$

23. 酒 石 酸

Tartaric Acid



$C_4H_6O_6$; 150.09

本品干燥物定量时，酒石酸 ($C_4H_6O_6$) 含量在 99.7% 以上。

性 状

本品为无色透明结晶或为白色结晶性粉末。无气味，有强的酸味。

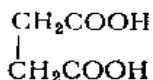
确认试验

(1) 本品的水溶液 (1→10) 为酸性。

- (2) 本品慢慢加热时分解，发出如砂糖灼烧的气味。
- (3) 本品的水溶液 (1→10)，呈酒石酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 硫酸盐 取本品 0.5 g，试验进行时，其限度在 0.048% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.50 ml。
- (2) 草酸盐 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，加氯化钙试液 2 ml，液体透明。
- (3) 钙 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，加氨水试液至呈中性，加草酸铵试液 1 ml 时，液体透明。
- (4) 重金属 本品 2.0 g 加水 10 ml 溶解，滴加氨水试液至稍带碱性，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g，硫酸，3 小时)。
- 灼烧残分** 0.05% 以下 (第 1 法，1 g)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称量约 1.5 g，加水溶解，成为 250 ml，取此液 25 ml，用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂：酚酞试液 2 滴)。
- 0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 7.504 mg C₄H₆O₆

24. 琥珀酸

Succinic Acid



C₄H₆O₄; 118.09

- 本品定量时，琥珀酸 (C₄H₆O₄) 含量在 99.0% 以上。
- 性状** 本品为无色~白色结晶或白色结晶性粉末，无气味，有特异的酸味。
- 确认试验** 本品的水溶液 (1→20) 5 ml，加氨水试液至 pH 约 7.0，加氯化铁试液 2~3 滴时，有褐色沉淀生成。
- 熔点** 184~189° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml，加热溶解后，液体无色澄明。
- (2) 重金属 本品 2.0 g 加水 40 ml 溶解，加酚酞试液后，滴加氨水试液至液体呈微红色后，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，作为试验溶液。按第 4 法进行试验时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。
- (3) 高锰酸钾还原性物质 本品 1.0 g 加水 25 ml 和稀盐酸 25 ml 使溶解后，保持 20°，加 0.1 N 高锰酸钾液 4 ml 时，液体的红色，在 3 分钟以内不消失。
- (4) 砷 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，以此作为试验溶液。采用装置 C，如法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。
- 灼烧残分** 0.05% 以下 (第 1 法，2 g)。
- 定量法** 精确称取本品约 1 g，加水溶解，配成 250 ml，取此液 25 ml，用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂：酚酞试液 2~3 滴)。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 5.904 mgC₄H₆O₄

25. 琥珀酸二钠

Disodium Succinate



C₄H₄Na₂O₄·6 H₂O, 270.14

本品干燥物定量时, 琥珀酸二钠 (C₄H₄Na₂O₄: 162.05) 含量为 93.0~102.0%。

性 状

本品为无色~白色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验

(1) 本品的水溶液 (1→10) 5 ml 用稀释的稀盐酸 (1→10) 中和后, 加氯化铁试液 1 ml 时, 产生褐色沉淀。

(2) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应。

pH

本品 1.0 g 加新煮沸的冷却水 10 ml 溶解后, 液体的 pH 为 7.0~9.0。

纯度试验

(1) 硫酸盐 本品 1.0 g 加水 30 ml 溶解后, 再加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.020% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。

(2) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

(3) 高锰酸钾还原性物质 本品 2.0 g 加水 20 ml 和稀硫酸 30 ml 溶解, 保持 20°, 加高锰酸钾试液 4.0 ml 时, 液体的颜色, 在 3 分钟内不消失。

(4) 砷 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量

37.0~41.0% (1 g, 120°, 2 小时)。

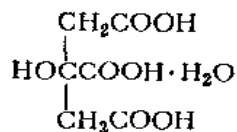
定量法

将本品干燥, 精确称取约 0.15 g, 加非水滴定用冰醋酸 30 ml 溶解, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 结晶紫-冰醋酸试液 1 ml)。滴定的终点为液体的颜色从紫色经蓝色变为绿色。用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 8.103 mgC₄H₄Na₂O₄

26. 柠檬 酸

Citric Acid



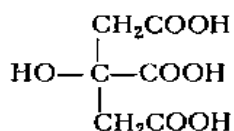
C₆H₈O₇·H₂O, 210.14

本品定量时, 柠檬酸 (C₆H₈O₇·H₂O) 含量在 99.5% 以上。

- 性 状** 本品为无色透明结晶，粒状或块状的白色结晶性粉末，无气味，有强的酸味。
- 确认试验** 在本品水溶液（1→20）中，加氨水试液至中性的液体，呈现柠檬酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 硫酸盐 本品 0.5 g 进行硫酸盐试验时，其限度为 0.048% 以下。比较液取 0.01 N 硫酸 0.5 ml。
 (2) 草酸盐 取本品 1.0 g 加稀乙醇 2 ml 溶解，加氨水试液至中性，再加氯化钙试液 0.2 ml 放置 1 小时后，液体澄明。
 (3) 重金属 本品 4.0 g 加水 20 ml 溶解，滴加氨水试液至稍呈碱性，加稀醋酸至稍呈酸性，再加稀醋酸 2 ml 和水，配成 50 ml，以此为试验溶液，按第 4 法进行试验，其限度为 10 ppm 以下。比较液取铅标准液 4.0 ml。
 (4) 砷 本品 2.0 g 加水 5 ml 溶解，以此为试验溶液，采用装置 C 的方法试验时，其限度为 1 ppm 以下。
 (5) 硫酸呈色物 本品 0.5 g 在冷却下加硫酸 5 ml，在 90° 加热 1 小时即比色，液体的颜色不比 K 号比色液深。
- 灼烧残分** 0.10% 以下（第 1 法，1 g）。
- 定 量 法** 精确称取本品约 1.5 g，加水溶解配成 250 ml。取此溶液 25 ml，用 0.1 N 氢氧化钠液滴定（指示剂：酚酞试液 2 滴）。

$$0.1 \text{ N 氢氧化钠液 } 1 \text{ ml} = 7.005 \text{ mg C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$$

27. 无水柠檬酸 Anhydrous Citric Acid



$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$; 192.13

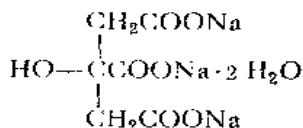
本品定量时，无水柠檬酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ）含量在 99.5% 以上。

- 性 状** 本品为无色透明结晶或颗粒，或为白色粉末，无气味，有强的酸味。
- 确认试验** 适用柠檬酸的确认试验。
- 纯度试验** 适用柠檬酸的纯度试验。
- 灼烧残分** 0.10% 以下（第 1 法，1 g）。
- 定 量 法** 适用柠檬酸的定量法。

$$0.1 \text{ N 氢氧化钠液 } 1 \text{ ml} = 6.404 \text{ mg C}_6\text{H}_8\text{O}_7$$

28. 柠檬酸钠

Sodium Citrate



$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 294.10

本品干燥物定量时, 柠檬酸钠 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$; 258.07) 含量在 99.0% 以上。

性 状

本品为无色结晶或白色结晶性粉末, 无气味, 有清凉的盐味。

确认试验

本品的水溶液 (1→20) 呈柠檬酸盐和钠盐的定性反应。

pH

本品 1.0 g 溶于新煮沸过后冷却的水 20 ml, 液体的 pH 为 7.6~8.6。

纯度试验

(1) 溶状 本品 1.0 g 溶于 20 ml 水, 溶液为无色透明。

(2) 氯化物 取本品 0.60 g 进行试验, 其限度在 0.015% 以下。比较液取 0.01 N 盐酸 0.25 ml。

(3) 硫酸盐 适用柠檬酸的纯度试验 (1)。

(4) 草酸盐 本品 1.0 g 加水 1 ml 和稀盐酸 3 ml 溶解, 加乙醇 4 ml 和氯化钙试液 0.2 ml 后放置 1 小时, 液体澄明。

(5) 重金属 取本品 2.0 g, 慢慢加热, 在尽可能较低温度下灰化后, 加硝酸 5 ml, 慢慢加热几乎将硝酸除尽后, 在 450~550° 加热 1 小时。残留物加盐酸 1 ml 和硝酸 0.5 ml 在水浴上蒸发干涸, 将此加稀盐酸 1 ml 和水 30 ml 使溶解, 必要时过滤, 在此液体中加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水试液至呈微红色后, 加稀醋酸 2 ml 和水成为 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验, 其限度在 10 ppm 以下。比较液取铅标准液 2.0 ml。

(6) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解, 以此为试验溶液, 用装置 C 如法进行试验, 其限度在 2 ppm 以下。

(7) 硫酸呈色物 适用柠檬酸纯度试验 (5)。

干燥减量

10.0~13.0% (1 g, 180°, 2 小时)。

定量法

将本品干燥后, 精确称取 0.2 g, 加非水滴定用冰醋酸 30 ml, 加热溶解, 冷却后, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 品红试液 3 滴)。滴定的终点, 为液体从紫色变为蓝色的转变点。用同样方法进行空白试验以作校正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 8.602 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$

29. 草 酸 钠

Sodium Oxalate



$\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$: 134.00

本品干燥物定量时, 草酸钠 ($\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$) 含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验 (1) 本品呈钠盐的定性反应。

(2) 本品的水溶液 (1→50) 呈草酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 液性 本品 2.0 g 溶于水 100 ml, 液体呈中性。

(2) 氯化物 取本品 1.0 g, 开始时慢慢加热, 然后逐渐灼烧 (700°) 灰化。加水 10 ml 溶解, 加稀释硝酸 (1→3) 中和后, 煮沸, 除去二氧化碳气体, 必要时过滤。加稀硝酸 6 ml 和水成为 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.007% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.20 ml。

(3) 硫酸盐 取本品 0.50 g, 开始时慢慢加热, 然后逐渐灼烧 (700°) 灰化。加水 20 ml 和溴试液 1 ml 加热数分钟溶解后, 必要时过滤, 加盐酸 10 ml 在水浴上蒸发干涸后, 加水 30 ml 溶解。然后加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.02% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.20 ml。

(4) 铅 本品 1.0 g 加水 40 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 10 ppm 以下。

(5) 砷 取本品 1.0 g 加稀盐酸 20 ml 溶解, 以此作为试验溶液, 采用装置 C 如法进行试验, 其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g, 180°, 2 小时)。

定 量 法 将本品干燥, 精确称量约 0.3 g, 置于 500 ml 烧杯中, 煮沸 15 分钟后, 冷却至 27°, 加稀释硫酸 (1→20) 250 ml 溶解, 慢慢加入 0.1 N 高锰酸钾液 40 ml, 加入速度 1 分钟在 25~35 ml, 放置至液体红色消失为止。然后, 将此液保持 60°, 用 0.1 N 高锰酸钾液滴定。滴定的终点, 为液体保持红色 30 秒钟。

0.1 N 高锰酸钾 1 ml = 6.700 mg $\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$

30. 溴 酸 钾

Potassium Bromate

KBrO_3 : 167.00

本品干燥物定量时, 溴酸钾 (KBrO_3) 含量在 99.0% 以上。

- 性 状** 本品为无色~白色结晶性粉末, 无气味。
- 确认试验** 本品的水溶液(1→30), 呈溴酸盐和钾盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 液性 本品的水溶液(1→30)呈中性。
(2) 重金属 本品 1.0 g 加水 5 ml 和盐酸 5 ml, 在水浴上蒸发干涸后, 加水 10 ml 和稀醋酸 2 ml 使溶解, 再加水至 50 ml, 作为试验溶液, 根据第 4 法进行试验, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。
- 定量法** 将本品干燥, 精确称取约 0.1 g, 加水 40 ml 溶解, 再加碘化钾 3 g 和稀硫酸 15 ml, 立即塞好放置阴暗处 5 分钟后, 用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定(指示剂: 淀粉试液 3 ml)。用同样方法进行空白试验, 以作修正。
0.1 N 硫代硫酸钠 1 ml = 2.7833 mgKBrO₃

31. 溴 酸 钠

Sodium Bromate

NaBrO₃: 150.89

- 本品干燥物定量时, 溴酸钠(NaBrO₃)含量在 98.5% 以上。
- 性 状** 本品为无色~白色结晶性粉末, 无气味。
- 确认试验** 本品的水溶液(1→20), 呈溴酸盐和钠盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 液性 本品的水溶液(1→20)为中性。
(2) 重金属 适用溴酸钾的纯度试验(2)。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。
- 定量法** 适用溴酸钾的定量法。
0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 2.5149 mgNaBrO₃

32. 硫 酸 钠

Sodium Sulfate

Na₂SO₄·10 H₂O: 322.19

- 本品干燥物定量时, 硫酸钠(Na₂SO₄: 142.04)含量在 99.0% 以上。
- 性 状** 本品为无色结晶或结晶性粉末, 无气味。
- 确认试验** 本品的水溶液(1→10)呈钠盐和硫酸盐的定性反应。
- 纯度试验** (1) 溶状和液性 本品 1.0 g 加新煮沸的冷却水 5 ml 溶解时, 液体无色澄清, 呈中性。
(2) 氯化物 取本品 1.0 g, 试验进行时, 其限度为 0.011% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.30 ml。
(3) 重金属 本品 4.0 g 加水 40 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 5 ppm 以下。比较液

取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 51.0~57.0% (2 g, 105°, 4 小时)。

定量法 将本品干燥，精确称量约 0.4 g，加水 200 ml 溶解，加盐酸 1 ml 煮沸，热时，慢慢加氯化钡试液 8 ml，将此液在水浴上加热 1 小时，冷后，滤取其沉淀，用水洗至洗液加硝酸银不发生混浊为止。干燥后，灼烧至恒重，称量，即为硫酸钡(BaSO_4 ; 233.40)的重量。

硫酸钠(Na_2SO_4)的量(mg) = 硫酸钡(BaSO_4)的量(mg) \times 0.6086

33. 硫酸钡

Barium Sulfate

BaSO_4 ; 233.40

性 状 本品为白色粉末，无气味，无味。

确认试验 (1) 在坩埚中取本品 0.5 g，加无水碳酸钠 2 g 和无水碳酸钾 2 g，充分搅拌混合，加热溶解，冷后，加热水，搅拌混合后过滤，滤液加盐酸至呈酸性时，液体呈硫酸盐的定性反应。

(2) 将(1)的热水不溶物水洗，加醋酸 2 ml 溶解时，液体呈钡盐的定性反应。

纯度试验 (1) 液性 本品 1.0 g 加水 20 ml 振荡混合 5 分钟时，液体呈中性。

(2) 磷酸盐 本品 1.0 g 加稀释硝酸(3→8) 8 ml 煮沸 5 分钟，冷后，加水至原来容量。将它用稀硝酸洗过的滤纸过滤，滤液加等容量的钼酸铵试液，在 50~60°放置 1 小时时，没有黄色沉淀产生。

(3) 硫化物 本品 10 g 加稀盐酸 10 ml 和水至 100 ml，煮沸 10 分钟时，发生的气体，对润湿的醋酸铅纸不变黑。

(4) 盐酸可溶物和可溶性钡盐 将(3)的液体冷却，加水至 100 ml，过滤。取滤液 50 ml，在水浴上蒸发至干涸。加盐酸 2 滴和温水 10 ml，用定量分析用滤纸过滤，残留物用温水 10 ml 洗涤。洗液和滤液合并后，在水浴上蒸发至干涸，残留物在 105°干燥 1 小时，其量在 15 mg 以下。此外，再将它加水 10 ml，振荡混合后过滤，滤液加稀硫酸 0.5 ml，放置 30 分钟，液体不混浊。

(5) 铅 本品 2.0 g 加水 10 ml 和稀盐酸 15 ml，煮沸 10 分钟并不断补充被蒸发的水，冷后过滤，残留物用 10 ml 水洗涤，将洗液和滤液合并，作为试验溶液，进行试验时，其限度为 5 ppm 以下。

(6) 砷 本品 2.0 g 加稀硫酸 10 ml 加温，以此作为试验溶液，用装置 C 如法试验时，其限度在 1 ppm 以下。

34. 硫酸 镁

Magnesium Sulfate

$\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$: 246.47

本品灼烧物定量时, 硫酸镁(MgSO_4 : 120.36)含量在 99.0% 以上。

性 状 本品为无色或白色结晶, 味苦, 有清凉味和盐味。本品易溶于水或甘油, 在乙醇中稍稍难溶。

确认试验 本品的水溶液, 呈镁盐和硫酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 液性 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时, 液体呈中性。

(2) 氯化物 取本品 1.0 g, 试验进行时, 其限度为 0.014% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 锌 本品 2.0 g 加水 20 ml 溶解, 加醋酸 1 ml 和铁氰化钾试液 5 滴时, 液体不产生混浊。

(5) 砷 取本品 0.5 g, 按第 1 法配制试验溶液, 用装置 A 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

灼烧减量 45.0~52.0% (1 g, 105°干燥 2 小时后, 在 450°灼烧 3 小时)。

定量法 将本品在 105°干燥 2 小时后, 在 450°灼烧 3 小时。精密称量其约 0.6 g, 加稀盐酸 2 ml 和水溶解, 正确配成 100 ml。正确取此液 25 ml, 加水 50 ml 和 pH 10.7 的氨-氯化铵缓冲液 5 ml, 用 0.05 mol/L 的 EDTA 二钠液滴定 (指示剂: 羊毛铬黑 T-氯化钠指示剂 0.04 g)。用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

0.05 mol/L EDTA 二钠液 1 ml = 6.018 mg MgSO_4

35. 硫代硫酸钠

Sodium Thiosulfate

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$: 248.17

本品干燥物定量时, 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$: 158.10)含量在 99.0% 以下。

性 状 本品为无色结晶或结晶性粉末, 无气味。

确认试验 本品的水溶液(1→10)呈钠盐和硫代硫酸盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时, 液体无色澄明。

(2) 重金属 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 慢慢加稀盐酸 5 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加水 15 ml, 平稳地煮沸 2 分钟后, 过滤。滤液加热至沸腾为止。热时加溴试液, 液体变为澄明, 如溴稍过量, 则再煮沸将溴除去。冷后, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氢氧化钠试液至液体呈微红色。加稀醋酸 2 ml

和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 钙 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解, 加草酸铵试液 2 ml, 放置 4 分钟时, 液体无变化。

(4) 砷 本品 0.20 g 加硝酸 3 ml 和水 5 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加水 5 ml 和硫酸 1 ml, 再加亚硫酸 10 ml, 置于小烧杯中, 在水浴上加热浓缩至约 2 ml, 加水至 5 ml。以此作为试验溶液, 采用装置 C, 按方法进行试验时, 其限度在 10 ppm 以下。

干燥减量 32.0~37.0% (1 g, 开始时减压, 用硅胶 2 小时, 然后, 在 105°干燥 3 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称量约 0.4 g, 加水 30 ml 溶解, 用 0.1 N 碘液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。

0.1 N 碘液 1 ml = 15.810 mg Na₂S₂O₃

36. 6-氨基己酸

6-Amino Caproic Acid

H₂NCH₂(CH₂)₃CH₂COOH

C₆H₁₃NO₂; 131.17

本品干燥物定量时, 氨基己酸 (C₆H₁₃NO₂) 含量在 98.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→1000) 5 ml 加水合茚三酮试液 1 ml, 加热 3 分钟时, 液体呈紫色。

(2) 将本品干燥, 取其 3 mg。按红外吸收谱测定法的溴化钾錠剂法测定时, 在 1100 cm⁻¹, 1323 cm⁻¹, 1379 cm⁻¹, 1443 cm⁻¹, 1528 cm⁻¹ 可看出有吸收。

熔点 198~204° (分解, 第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解时, 液体为无色透明。

(2) 氯化物 取本品 0.35 g, 进行试验时, 其限度为 0.041% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.40 ml。

(3) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 1 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 4.0 ml。

(4) 砷 取本品 1.0 g, 按第 1 法配制试验溶液, 采用装置 A 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

(5) 其它氨基酸 取本品 0.10 g, 加水 10 ml 溶解, 作为试料溶液。关于此液按薄层色谱法进行试验。取试料溶液 10 μl, 在用薄层色谱用硅胶调制成的薄层板上作斑点。然后以乙醇、浓氨水和水的混合液 (6:1:1) 作为展开溶剂约展开 10 cm 后, 将薄层板风干。用甲醇和吡啶的等容量混合液溶解 0.25 W/V% 的水合茚三酮溶液, 均匀喷雾于板上后, 在 105°加热 2 分钟时, 可

以认出单一的色斑。

干燥减量 0.5%以下 (2 g, 105°, 3 小时)。

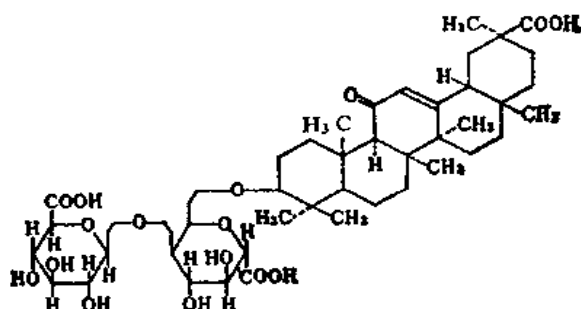
灼烧残分 0.3%以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称量其约 0.3 g, 加冰醋酸 50 ml 溶解, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 结晶紫试液 2 滴)。用同样的方法做空白试验以作修正。

0.1 N 过氯酸 1 ml = 13.117 mg $C_6H_5NO_2$

37. 甘草酸

Glycyrrhizinic Acid



$C_{42}H_{62}O_{16}$; 822.94

本品干燥物定量时, 甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)含量为 96.0~102.0%。

性状 本品为白色至微黄色结晶性粉末, 没有气味, 有特异的甜味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加氢氧化钠试液 5 ml 溶解后, 加 1 N 盐酸试液 15 ml, 平稳地煮沸 10 分钟后, 冷却过滤, 滤纸上残留物用水很好洗涤后, 在 105°干燥 1 小时。取干燥物 1 mg 加硫酸 3 ml, 在水浴上加热 5 分钟, 冷后, 加香兰素-乙醇试液 2 ml 时, 液体呈深红紫色。

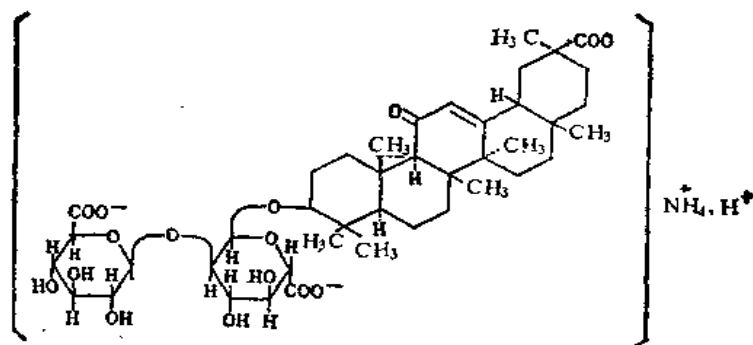
(2) 在(1)的滤液中加间苯二酚 10 mg 和盐酸 5 滴, 平稳地煮沸 1 分钟后, 放置 5 分钟, 马上冷却, 在此溶液中加入苯 3 ml 摇动混合, 苯层呈红紫色。

pH 本品 1.0 g 溶于 50 ml 乙醇, 加新煮沸冷却的水 50 ml, 溶液的 pH 为 2.5~3.5。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加乙醇 20 ml 溶解时, 液体为无色或稍带黄色而澄明。

(2) 氨 本品 0.20 g 加热水 20 ml 摇动混合后, 加氢氧化钠试液 5 ml, 加热时发生的气体, 用润湿的红色石蕊试纸接触, 不变为蓝色。

38. 甘草酸一铵 Monoammonium Glycyrrhizinate



$C_{42}H_{65}NO_{16}$: 839.97

性 状 确认试验

本品干燥物定量时,甘草酸一铵($C_{42}H_{65}NO_{16}$)的含量为 96.0~102.0%。

本品为白色微细结晶或结晶性粉末,无气味,有特异的甜味。

(1) 适用甘草酸二钾的确认试验 (1)。

(2) 本品 0.2 g 加热水 20 ml 溶解,加氢氧化钠试液 5 ml,加热时发生氨的气味,其气体使润湿过的红色石蕊试纸变为蓝色。

pH

本品 1.0 g 加新煮沸的冷却水 100 ml 溶解,液体的 pH 为 4.0~5.0。

纯度试验

(1) 溶状 本品 0.20 g 加稀乙醇 30 ml 溶解时,液体几乎无色澄明。

(2) 重金属 取本品 2.0 g,在 450~500°灼烧灰化,残留物加稀醋酸 2 ml 加温后,加水至 50 ml,以此作为试验溶液,按第 4 法进行试验时,其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 适用甘草酸二钾的纯度试验 (3)。

干燥减量

5.0%以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分

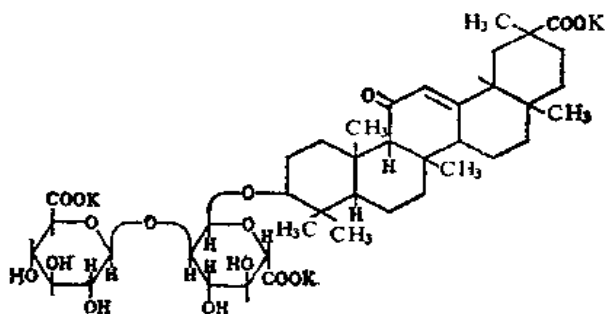
0.20%以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法

将本品干燥,精确称取约 0.1 g,加稀乙醇溶解成为 250 ml,取此液 10 ml,加稀乙醇至 100 ml,测定层长 10 mm 在波长 252 nm 附近的最大吸收处测消光度 A。

$$\text{甘草酸一铵}(C_{42}H_{65}NO_{16})\text{的量(mg)} = \frac{A}{134} \times 25000$$

39. 甘草酸二钾 Dipotassium Glycyrrhizinate

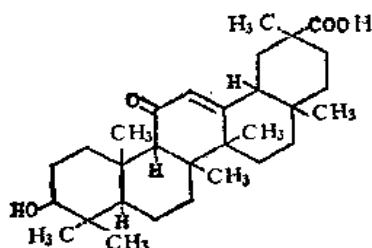


$C_{42}H_{60}K_2O_{16}$: 899.12

- 本品干燥物定量时，甘草酸二钾($C_{42}H_{60}K_2O_{16}$)含量为 96.0~102.0%。
- 性状** 本品为白色~微黄色结晶性粉末，没有气味，有特异的甜味。
- 确认试验** (1) 本品 0.2 g 加水 5 ml 和盐酸 3 ml 蒸馏，馏液加 2, 4-二硝基苯肼试液 2~3 滴时，产生橙红色沉淀。
(2) 本品呈钾盐的定性反应。
- pH** 本品 0.5 g 加新煮沸后冷却水 50 ml 溶解，液体的 pH 5.0~6.0。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解，液体为无色或稍带黄色而澄清。
(2) 重金属 取本品 2.0 g 用少量硫酸润湿后在 450~500°灼烧灰化。残留物加稀醋酸 2 ml，加温溶解后，加水至 50 ml，作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
(3) 砷 本品 0.50 g 加硝酸 10 ml 和硫酸 5 ml，小心加热，如果液体不是无色~微黄色，则冷后，每次追加硝酸 2~3 ml，加热到无色~微黄色。冷后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热至产生白烟为止，冷后加水至 20 ml，作为试验溶液，采用装置 C，如法进行试验，其限度为 4 ppm 以下。
- 干燥减量** 6.0%以下 (1 g, 105°, 1 小时)。
- 灼烧残分** 16.0~20.0% (1 g, 第 1 法)。
- 定量法** 将本品干燥，精确称取约 0.1 g，加水溶解成为 250 ml，取此液 10 ml，加水至 100 ml，测定层长 10 mm，在波长 257 nm 附近的最大吸收处测消光度 A。

$$\text{甘草酸二钾}(C_{42}H_{60}K_2O_{16})\text{的量(mg)} = \frac{A}{124} \times 25000$$

40. β -甘草亭酸
 β -Glycyrrhetic Acid



$C_{30}H_{46}O_4$: 470.70

性 状

本品干燥物定量时, β -甘草亭酸 ($C_{30}H_{46}O_4$) 含量在 97.0% 以上。

确认试验

本品为几乎白色的结晶性粉末, 无气味。

- (1) 本品 0.01 g 加醋酐 1 ml, 再加硫酸 3 滴时, 液体呈红紫色~暗红色。
- (2) 本品 1~2 mg 加乙醇 1 ml 溶解, 加二丁基对甲酚-乙醇溶液 (1→100) 0.5 ml 和氢氧化钠溶液 (1→5) 1 ml, 在水浴上加热至分离为二层为止, 再加热至上层乙醇蒸发为止时, 产生紫色浮游物。

熔 点

288~297° (第 1 法)。

旋光度

$[\alpha]_D^{20}$: +151~+161° (干燥后, 0.25 g, 氯仿, 25 ml, 100 mm)。

纯度试验

- (1) 溶状 本品 0.20 g 加乙醇 30 ml 溶解时, 液体几乎无色澄明。
- (2) 氯化物 本品 0.2 g 加乙醇 30 ml 溶解, 加稀硝酸 3 ml 和硝酸银试液 3 ml, 放置 10 分钟时, 液体的混浊度, 不比下面的比较液浓。
比较液: 乙醇 30 ml, 加 0.01 N 盐酸 0.30 ml 和硝酸银试液 3 ml。
- (3) 硫酸盐 本品 0.10 g, 加乙醇 30 ml 溶解, 加水 4 ml, 稀醋酸 1 ml 和氯化钡试液 3 滴, 放置 10 分钟时, 液体的混浊度, 不比下面的比较液浓。
比较液: 乙醇 30 ml 水 4 ml, 0.01 N 硫酸 0.30 ml 和氯化钡试液 3 滴。
- (4) 重金属 取本品 1.0 g 在 450~500° 灼烧灰化, 残留物加稀醋酸 2 ml, 加温后, 加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- (5) 砷 适用甘草酸二钾的纯度试验 (3)。
- (6) 甘草酸 取本品 0.20 g, 加水 5 ml、盐酸 3 ml 和石蜡油 0.5 ml, 在 155° 左右的油浴中蒸馏, 取初馏液 2 ml, 加 2, 4-二硝基苯肼试液 3 滴时, 液体不混浊。

干燥减量

1.0% 以下 (1 g, 105°, 2 小时)。

灼烧残分

0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定 量 法

将本品干燥, 精确称取约 0.5 g, 加乙醇 30 ml 溶解后, 加水 5 ml, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 3 滴)。用同样方法进行空白试验, 以作修正。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 47.07 mg $C_{90}H_{46}O_4$

41. 氢氧化钾 Potassium Hydroxide

KOH; 56.11

本品定量时, 总碱 (以 KOH 计) 含量在 85.0% 以上, 其中碳酸钾 (K_2CO_3 ; 138.21) 在 3.5% 以下。

性 状 本品为白色的小球、薄片、棒状或块状, 硬而脆, 断面有结晶性。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→500), 有强碱性。

(2) 本品的水溶液 (1→25) 呈钾盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 液体无色澄明。

(2) 氯化物 本品 1.0 g 加水溶解成为 100 ml。取此液 25 ml, 加稀硝酸 10 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.1% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.7 ml。

(3) 重金属 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解, 加稀盐酸 7 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加水 35 ml 和稀醋酸 2 ml 溶解, 再加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。

(4) 钠 本品 0.5 g 加水 50 ml 溶解后的液体, 把铂线浸入, 将该铂线在无色火焰中加热时, 虽呈黄色但不持续。

定 量 法 精确称取本品约 1.5 g, 加新煮沸冷却后的水 100 ml 溶解, 在 15° 冷却后, 加酚酞试液 2 滴, 用 1 N 硫酸滴定, 记录液体红色消失时的硫酸量。在此液中再加溴酚蓝试液 3 滴, 再用 1 N 硫酸滴定, 直至液体的蓝紫色变为持续的黄色为止。从 1 N 硫酸总量, 求总碱 (以 KOH 计) 的量, 根据指示剂的不同和 1 N 硫酸量之差, 求碳酸钾 (以 K_2CO_3 计) 的量。

1 N 硫酸 1 ml = 56.11 mg KOH

1 N 硫酸 1 ml = 138.21 mg K_2CO_3

42. 氢氧化钠 Sodium Hydroxide

NaOH; 40.00

本品定量时, 总碱量 (以 NaOH 计) 在 95.0% 以上, 其中碳酸钠 (Na_2CO_3 ; 105.99) 在 3.0% 以下。

性 状 本品为白色小球、薄片、棒状或块状物, 硬而脆, 断面为结晶性。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→500) 为强碱性。

(2) 本品的水溶液 (1→25) 呈钠盐的定性反应。

- 纯度试验**
- (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时, 液体无色澄明。
 - (2) 氯化物 本品 1.0 g 加水溶成 100 ml。取此液 20 ml, 加稀硝酸 10 ml 和水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 进行试验时, 其限度为 0.1% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.7 ml。
 - (3) 重金属 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解, 加稀盐酸 11 ml, 在水浴上蒸发至干涸。残留物加水 35 ml 和稀醋酸 2 ml 溶解, 再加水至 50 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度在 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。
 - (4) 钾 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解, 加醋酸 4 ml, 再加亚硝酸钴钠试液 3~5 滴时, 不产生沉淀。
- 定量法** 精确称取本品约 1.0 g, 加新煮沸冷却后的水 100 ml 溶解, 冷却至 15° 后, 加酚酞试液 2 滴, 用 1 N 硫酸滴定。当液体的红色消失时记录硫酸的量, 在此液中再加溴酚蓝试液 3 滴, 再用 1 N 硫酸滴定, 至液体的蓝紫色变为持续的黄色为止。从 1 N 硫酸的总消耗量算出总碱 (以 NaOH 计) 量。从不同指示剂 1 N 硫酸消耗量之差, 算出碳酸钠 (Na_2CO_3 计) 的量。
- 1 N 硫酸 1 ml = 40.00 mgNaOH
1 N 硫酸 1 ml = 105.99 mg Na_2CO_3

43. 氢氧化钙(消石灰)

Calcium Hydroxide

$\text{Ca}(\text{OH})_2$: 74.09

本品定量时, 氢氧化钙 [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] 含量在 90.0% 以上。

性 状 本品为白色粉末, 无气味。

确认试验

- (1) 本品中加 3~4 倍量的水后成为泥状, 呈碱性。
- (2) 本品 1 g 加稀醋酸 30 ml 溶解后煮沸, 冷后, 加氨水试液至中性, 液体呈钙盐的定性反应 (2) 和 (3)。

纯度试验

- (1) 酸不溶物 0.5% 以下 (2 g)。
- (2) 镁或碱金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 和稀盐酸 10 ml 的混合液溶解, 煮沸后, 加氨水试液至呈中性, 滴加草酸铵试液至草酸钙完全沉淀。将它在水浴上加热 1 小时, 冷后, 加水至 100 ml 过滤。取滤液 50 ml, 加 0.5 ml 硫酸蒸发至干涸。然后灼烧至残留物恒重为止 (灼烧温度 600°), 其量为 24 mg 以下。
- (3) 重金属 适用氧化钙的纯度试验 (4)。
- (4) 砷 适用氧化钙的纯度试验 (5)。

定量法 精确称取本品约 1 g, 加稀盐酸 20 ml 和水 20 ml 的混合液溶解, 加水至 100 ml, 取此液 10 ml, 加水 90 ml 和 pH 12.8 的氢氧化钠-氰化钾缓冲液 5 ml 后, 用 0.05 mol/L EDTA 二钠液滴定 (指示剂: NN 指示剂 0.1 g)。滴定

的终点，为液体从红色变为蓝色。

$0.05 \text{ mol/L EDTA 二钠液 } 1 \text{ ml} = 3.7047 \text{ mgCa(OH)}_2$

44. 浓 氨 水

Strong Ammonia Solution

本品定量时，含氨（ NH_3 ；17.03）量为28.0~30.0%。

性 状

本品为无色透明液体，有特殊的强烈的刺激性气味。

确认试验

(1) 本品具有强碱性。

(2) 将盐酸润湿的玻璃棒靠近本品时，产生很浓的白烟。

纯度试验

(1) 蒸发残留物 将10 ml本品蒸发，并把残留物在105°下干燥1小时，此时的重量在1 mg以下。

(2) 铁 将本品22.2 ml蒸发至干，在残留物中加5 ml稀盐酸溶解，以此作为试验溶液进行试验，其允许范围在1 ppm以下。用2.0 ml铁标准液为比较液。

(3) 重金属 将5.6 ml本品在水浴上蒸发至干。加稀盐酸1 ml，再蒸发至干，加2 ml稀醋酸溶解并加水至50 ml。以此作为试验溶液，按第4法进行试验。其允许范围在5 ppm以下。用2.5 ml铅标准液为比较液。

(4) 高锰酸钾还原物 在3.0 ml本品中，边冷却边加5 ml水及40 ml稀硫酸，再加高锰酸钾试液0.01 ml煮沸5分钟，此时溶液的红色在10分钟内不消失。

定 量 法

精确称取本品约2 g，加水25 ml，用1 N硫酸滴定（指示剂：甲基红试液2滴）。

$1 \text{ N 硫酸 } 1 \text{ ml} = 17.030 \text{ mgNH}_3$

45. 碳 酸 钠

Sodium Carbonate

$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$; 286.14

本品定量时，碳酸钠（ $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ ）含量为99.0~103.0%。

性 状

本品为无色~白色结晶，无气味。

确认试验

本品的水溶液（1→20）呈钠盐和碳酸盐的定性反应。

纯度试验

(1) 溶状 本品1.0 g加水5 ml溶解时，液体无色澄明。

(2) 氯化物 本品0.50加水10 gml溶解，加稀硝酸7 ml和水至50 ml，以此作为试验溶液，进行试验时其限度为0.071%以下。比较液为0.01 N盐酸1.0 ml。

(3) 重金属 本品2.0 g加水10 ml溶解，加稀盐酸8 ml在水浴上蒸发干涸。残留物加水35 ml和稀醋酸2 ml溶解，再加水至50 ml以此作为试验溶液，按第4法进行试验时，其限度在10 ppm以下。比较液用铅标准液2.0

ml。

(4) 砷 本品 0.50 g 加水 5 ml 溶解，此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度在 4 ppm 以下。

干燥减量 61.0~63.0% (1 g, 105°, 4 小时)。

定量法 精确称取本品约 3 g，加水 50 ml 溶解，用 1 N 硫酸滴定（指示剂：甲基红试液 3 滴）。滴定的终点为液体从黄色变为橙红色时，小心煮沸后，再滴定至橙红色。

1 N 硫酸 1 ml = 143.07 mg $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$

46. 碳酸氢钠

Sodium Bicarbonate

NaHCO_3 : 84.01

本品定量时，碳酸氢钠 (NaHCO_3) 含量在 99.0% 以上。

性状 本品的水溶液 (1→30) 呈钠盐和碳酸氢盐的定性反应。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解时，液体无色澄明。

(2) 氯化物 本品 0.40 g 加稀硝酸 4 ml 加热至沸腾，冷后，加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml。以此作为试验溶液进行试验时，其限度在 0.040% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.45 ml。

(3) 碳酸盐 本品 1.0 g 加新煮沸的冷却水 20 ml，在 15° 以下轻轻摇动使溶解，加 0.1 N 盐酸 2.0 ml 和酚酞试液 2 滴时，液体不立即呈红色。

(4) 氨 取本品 1.0 g，加热时产生的气体，接触润湿的红色石蕊试纸时，不变为蓝色。

(5) 重金属 本品 4.0 g 加水 5 ml 和盐酸 4.5 ml 溶解，在水浴上蒸发干涸，残留物加稀醋酸 2 ml，水 35 ml 和氨水试液 1 滴使溶解，再加水至 50 ml。以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 5 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

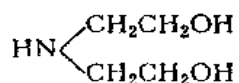
(6) 砷 本品 1.0 g 加水 3 ml 和盐酸 2 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C 的方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

定量法 精确称取本品约 2 g，加水 25 ml 溶解，用 1 N 硫酸滴定（指示剂：溴甲酚绿试液 2 滴）。滴定的终点为液体从蓝色变黄绿色，小心煮沸后冷却，再滴至带黄绿色。

1 N 硫酸 1 ml = 84.01 mg NaHCO_3

47. 二乙醇胺

Diethanolamine



$\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$: 105.14

本品主成分为二乙醇胺，通常还含乙醇胺和三乙醇胺。本品定量时，二乙醇胺 ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$) 含量为 98.0~102.0%。

性 状 本品为无色~微黄色粘性液体，稍有氨样的气味。

确认试验 (1) 本品 1 ml 加硫酸铜试液 0.1 ml 时，液体呈蓝色，此液加氢氧化钠试液 5 ml，加热蒸发至 2 ml 时，液体的颜色没有变化。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 5 ml 加硫氰酸铵-硝酸钴试液 1 ml，水 5 ml 和饱和氯化钠溶液 5 ml，振荡混合时，液体呈暗红色。加戊醇 10 ml 于此液，振荡混合时，戊醇层几乎不着色。

(3) 本品的水溶液 (1→10) 1 ml，加硝普酸钠试液 1 滴，乙醚-乙醇溶液 (5→8) 5 滴和碳酸钠溶液 (1→50) 1 ml，振荡混合时，液体呈蓝色。

(4) 本品 1 ml，慢慢加热，发生的气体使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

折光指数 n_D^{20} : 1.470~1.480。

相对密度 d_4^{20} : 1.089~1.096 (第 1 法)。

水 分 0.5% 以下。

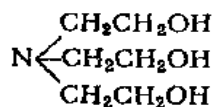
灼烧残渣 0.05% 以下 (第 2 法, 2 g)。

定 量 法 精确称取本品 2 g，加水 75 ml，振荡混合后，用 1 N 盐酸滴定 (指示剂：甲基红试液 2 滴)。

1 N 盐酸 1 ml = 105.14 mg $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$

48. 三乙醇胺

Triethanolamine



$\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$: 149.19

本品主成分为三乙醇胺，通常还含有二乙醇胺和乙醇胺。本品定量时，三乙醇胺 ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$) 含量为 99.0~105.0%。

性 状 本品为无色~淡黄色粘性液体，稍有氨样的气味。

确认试验 (1) 本品 1 ml 加硫酸铜试液 0.1 ml 时，液体呈蓝色。在此液中加入氢氧化钠试液 5 ml，加热蒸发至 2 ml 时，液体的颜色不变化。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 5 ml, 加硫氰酸铵-硝酸钴试液 1 ml, 水 5 ml 和饱和氯化钠溶液 5 ml, 振荡混合时, 液体呈红色。加戊醇 10 ml 振荡混合时, 戊醇层几乎不着色。

(3) 本品 1 ml 平静地加热时, 发生的气体, 使润湿的红色石蕊试纸变蓝色。

相对密度 d_4^{20} : 1.120~1.128 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.481~1.486。

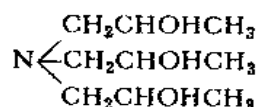
灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 精确称取本品约 2 g, 加水 75 ml, 振荡混合后, 用 1 N 盐酸滴定 (指示剂: 甲基红试液 2 滴)。

1 N 盐酸 1 ml = 149.19 mg $C_6H_{15}NO_3$

49. 三异丙醇胺

Triisopropanolamine



$C_9H_{21}NO_3$; 191.27

本品主成分为三异丙醇胺, 通常还含有二异丙醇胺和一异丙醇胺。本定时, 三异丙醇胺 ($C_9H_{21}NO_3$) 含量为 95.0~105.0%。

性 状 本品为白色结晶或固体, 稍有氨样的气氛。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→5) 1 ml, 加硫酸铜试液 0.1 ml 时, 液体呈蓝色。在此液中加入氢氧化钠试液 5 ml, 加热蒸发至 2 ml 时, 液体的颜色不变化。

(2) 本品的水溶液 (1→10) 5 ml, 加硫氰酸铵-硝酸钴试液 1 ml, 水 5 ml 和饱和氯化钠溶液 5 ml, 振荡混合时, 液体呈红色。在其中加戊醇 10 ml, 振荡混合时, 戊醇层呈红色。

(3) 本品 1 g 平静地加热时, 发生的气体, 使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

灼烧残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2 g)。

定量法 精确称取本品约 2 g, 加水 75 ml, 振荡混合后, 用 0.5 N 盐酸滴定 (指示剂: 甲基红试液 2 滴)。

0.5 N 盐酸 1 ml = 95.63 mg $C_9H_{21}NO_3$

50. β -月桂基氨基丙酸钠

Sodium β -Laurylaminopropionate

本品主成分为 β -月桂基氨基丙酸钠。通常其溶液中含丙醇、乙醇、水、或其混合液。

- 性 状** 本品为微黄色~黄褐色液体，或为凡士林样物质，稍有特异的气味。
- 确认试验** (1) 适用 2-烷基 *N*-羟乙基咪唑啉甜菜碱的确认试验(1)、(2)和(3)。
(2) 水合茚三酮试液滴加于滤纸上 2 滴，风干后，滴加 1 滴由确认试验(1)的试验溶液 1 ml 和水 4 ml 所组成的液体，在 10~105°干燥 10 分钟，呈紫外反应。
- 纯度试验** (1) 石油醚可溶物 精确称量本品约 10 g，加水 100 ml 溶解后，转移到分液漏斗中，用石油醚萃取，每次用 50 ml 萃取 3 次。如果液体产生乳化分离有困难时，可加氯化钠。将石油醚萃出液合并，用水洗 3 次，每次用水 50 ml，然后用无水硫酸钠脱水。在水浴上将石油醚馏去，残留物在 105°干燥 15 分钟后，称重。其限度为，在 105°干燥 4 小时的残留物为 5.0% 以下。
(2) 乙醇不溶物 精确称取本品约 3 g，加乙醇 100 ml，装上回流冷凝器在水浴上煮沸 1 小时，煮沸时屡屡振荡摇和。使用已知重量的坩埚形玻璃过滤器(1 G 3)在温时过滤，残留物用温乙醇 100 ml 洗涤后，在 105°干燥 4 小时，称重。其限度为在 105°干燥 4 小时的残留物在 3.0% 以下。

(十二) 其他辅助原料

1. 精 制 水

Purified Water

本品按日本药典将通常水蒸馏或通过离子交换树脂精制的水。

性 状 本品为无色透明液体，无气味，无味。

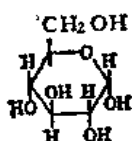
pH 5.0~7.0。

- 纯度试验** (1) 氯化物 本品 50 ml，加硝酸 3 滴和硝酸银试液 0.5 ml 时，液体无变化。
(2) 硫酸盐 本品 50 ml，加盐酸 2 滴和氯化钡 0.5 ml 时，液体无变化。
(3) 残留氯 本品 20 ml，加邻甲苯胺基甲苯胺试液 1 ml，放置 5 分钟时，液体不呈色。
(4) 氮 本品 50 ml，加纳氏试液 0.5 ml 时，液体无变化。
(5) 二氧化碳 本品 25 ml，加氢氧化钙试液 25 ml 时，液体无变化。
(6) 钙 本品 50 ml，加草酸铵试液 1 ml 时，液体无变化。
(7) 重金属 本品 40 ml，加稀醋酸 2 ml 和硫化钠试液 1 滴时，液体的颜色，不得比下述的比较液深。
比较液：本品 40 ml 加稀醋酸 2 ml。
(8) 高锰酸钾还原性物质 本品 100 ml，加稀硫酸 10 ml 煮沸后，加 0.1 N 高锰酸钾液 0.10 ml，再煮沸 10 分钟时，液体的红色不消失。
(9) 蒸发残留物 本品 100 ml，在水浴上蒸发，残留物在 105°干燥 1 小时，

其量在 1 mg 以下。

2. 葡萄糖

Glucose

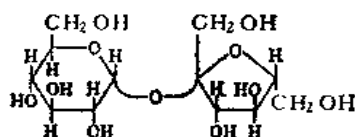


$C_6H_{12}O_6$; 180.16

- 性 状** 本品为白色结晶或结晶性粉末，无气味，味甜。
- 确认试验** 本品的水溶液（1→20）2~3 滴加到沸腾的费林试液 5 ml 中时，产生红色沉淀。
- 旋光度** $[\alpha]_D^{20}$: +52.3~53.2°（干燥后，10 g，氨水试液 0.2 ml 和水 100 ml，200 mm）。
- 纯度试验**
- (1) 溶状 取本品 25 g，加到盛有水 30 ml 的纳氏比色管中，在 60° 水浴上加温溶解。冷后，加水至 50 ml，液体澄明，液体的色泽不比下述的比较液的色泽深。
- 比较液：取氯化钴色的比较原液 1.0 ml，氯化铁色的比较原液 3.0 ml，和硫酸铜色的比较原液 2.0 ml，混合后加水至 10.0 ml，取其 3.0 ml 加水至 50 ml，作为比较液。
- (2) 酸 本品 5.0 g 加新煮沸后冷却的水 50 ml，使溶解，加酚酞试液 3 滴和 0.01 N 氢氧化钠液 0.6 ml 时，液体呈红色。
- (3) 氯化物 取本品 2.0 g 进行试验时，其限度为 0.018% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 1.0 ml。
- (4) 硫酸盐 取本品 2.0 g，进行试验时，其限度为 0.024% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 1.0 ml。
- (5) 重金属 本品 5.0 g 加水 20 ml 溶解，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，作为试验溶液，按照第 4 法进行试验时，其限度为 4 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- (6) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解，加稀硫酸 5 ml 和溴试液 1 ml，在水浴上加热 5 分钟，再进一步浓缩至 5 ml，冷后，作为试验溶液，用装置 C，按方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。
- (7) 糊精 本品 1.0 g 加乙醇 20 ml，装上回流冷凝器，沸腾时，液体澄明。
- (8) 可溶性淀粉或亚硫酸盐 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，加碘试液 1 滴时，液体呈黄色。
- 干燥减量** 1% 以下（1 g，105°，6 小时）。
- 灼烧残分** 0.10% 以下（第 1 法，2 g）。

3. 蔗 糖

Sucrose

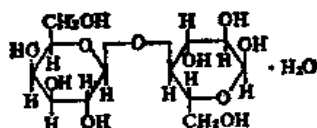


$C_{12}H_{22}O_{11}$: 342.30

- 性 状** 本品为无色~白色结晶或结晶性粉末，无气味，味甜。
- 确认试验** (1) 取本品 1 g 加热时，熔解后膨胀，发出焦糖的气味，成为体积大的炭化物。
(2) 本品 0.1 g 加稀硫酸 2 ml 煮沸，加氢氧化钠试液 4 ml 和费林试液 3 ml，加热至沸腾时，有红色~暗红色沉淀生成。
- 旋光度** $[\alpha]_D^{20}$: +65.0~+66.7° (干燥后，13 g，水 50 ml，200 mm)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 100 g 加水 100 ml 溶解，取此液 50 ml，置于纳氏比色管中，用白色背景从侧方观察时，液体为无色或稍带黄色，不呈蓝色。此外，将此液装满纳氏管，密塞后放置 2 天，不发生沉淀。
(2) 氯化物 本品 10 g 加水溶解成为 100 ml，作为试验溶液。取试验溶液 20 ml 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml，试验进行时，其限度为 0.005% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 0.3 ml。
(3) 硫酸盐 取 (2) 的试验溶液 40 ml，加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml，进行试验时，其限度为 0.006% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.5 ml。
(4) 钙 取 (2) 的试验溶液 10 ml，加草酸铵试液 1 ml 时，液体不立即变化。
(5) 重金属 本品 5.0 g 加稀醋酸 2 ml 和水溶解成为 50 ml，以此为试验溶液按第 4 法进行试验时，其限度在 5 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.5 ml。
(6) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法试验时，其限度在 2 ppm 以下。
(7) 转化糖 本品 5.0 g 加水溶解成 100 ml，必要时过滤，作为试验溶液。另外，取菲林试液 100 ml 置于 300 ml 烧杯中，盖上表面皿煮沸后，立即加入试验溶液 50 ml。准确煮沸 5 分钟后，立即加入新煮沸后和冷却水 50 ml，浸于 10° 以下的水浴上 5 分钟，将产生的沉淀用已知重量的坩埚形玻璃过滤器 (2 G₄) 滤取，用水洗涤至滤液呈中性，再用乙醇 10 ml 洗和乙醚 10 ml，然后将玻璃过滤器和沉淀一起在 105° 干燥 30 分钟，其量在 120 mg 以下。
- 干燥减量** 1.30% 以下 (15 g，105°，2 小时)。
- 灼烧残分** 0.1% 以下 (第 1 法，2 g)。

4. 乳 糖

Lactose

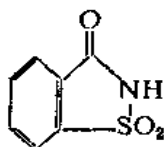


$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$; 360.31

- 性 状** 本品为白色结晶或粉末，无气味，味稍甜。
- 确认试验** (1) 本品的水溶液 (1→20) 5 ml 加氢氧化钠试液 5 ml，慢慢加温时，液体开始变黄色，以后变红褐色。
(2) 本品的水溶液 (1→20) 5 ml 加氢氧化钠试液 5 ml 和硫酸铜试液 0.5 ml，加温时，产生红色沉淀。
- 旋光度** $[\alpha]_D^{25}$: +52.0~+52.6° (干燥后, 10 g, 氨水试液 0.2 ml 和水 100 ml, 200 mm)。
- 纯度试验** (1) 溶状 气味和液性 本品 1.0 g 加热水 20 ml 溶解时，液体无色澄明，无气味，呈中性。
(2) 重金属 本品 5.0 g 加温水 40 ml 溶解，冷后，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度为 5 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.5 ml。
(3) 葡萄糖 将本品研细，取其 5.0 g 加稀释乙醇 (7→10) 25 ml，振荡混合 30 分钟后过滤，以此作为试验溶液。取试验溶液 5 ml，在水浴上蒸发干涸。残留物加水 5 ml 溶解，必要时过滤，加醋酸铜试液 5 ml，在水浴上加热 3 分钟后，放置 25 分钟时不产生红色沉淀。
(4) 蔗糖 取 (3) 的试验溶液 10 ml，在水浴上蒸发干涸，残留物加水 10 ml 溶解，加稀释盐酸 (5→7) 1 ml 和间苯二酚 0.1 g 振荡混合，在水浴上加热 8 分钟时，液体的颜色为无色，或不比淡黄色深。
(5) 淀粉或糊精 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解，煮沸 1 分钟。冷后，加稀碘试液 1 滴时，液体不呈红色，紫色或蓝色。
- 干燥减量** 0.50% 以下 (1 g, 80°, 2 小时)。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

5. 糖 精

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$; 183.18

本品干燥物定量时，糖精 ($C_7H_5NO_3S$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为无色~白色结晶，或为白色结晶性粉末，味极甜。

确认试验

(1) 本品 0.1 g 加氢氧化钠试液 5 ml 溶解，慢慢加热，蒸发干涸，注意加热熔化勿使炭化。待不再发生氨的臭气时放冷。残留物约加水 20 ml 溶解，加稀盐酸中和后过滤。滤液加氯化铁试液 1 滴时，液体呈紫色~红紫色。

(2) 将本品 0.02 g 加间苯二酚 0.04 g 混合，加硫酸 10 滴，慢慢加热，当混合物变为暗绿色时，即放冷。加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml 溶解时，液体发出绿色的荧光。

(3) 本品的饱水溶液，呈酸性。

熔 点

226~230° (第 1 法)。

纯度试验

(1) 溶状 在热水 30 ml 和乙醇 35 ml 中各加本品 1.0 g 溶解后，液体无色澄明。

(2) 重金属 取本品 1.0 g 加乙醇 40 ml 溶解，加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml 和乙醇 40 ml。

(3) 砷 本品 2.5 g 加硫酸 10 ml 和硝酸 10 ml，慢慢加热，并屡屡追加硝酸每次 2~3 ml，直至液体变为无色~微黄色为止，才停止加热。冷后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热浓缩至产生白烟为止。冷后，小心加水至 25 ml，作为试验溶液。取试验溶液 10 ml，采用装置 C，如法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

(4) 苯甲酸盐和水杨酸盐 取本品 0.50 g 加热水 15 ml 溶解，加氯化铁试液 3 滴时，不产生沉淀。此外，液体不呈紫色~红紫色。

(5) 硫酸呈色物 取本品 0.20 g 加硫酸 5 ml，搅拌混合，在 48~50° 加温 10 分钟，液体的颜色，不深于 A 号比色液。

(6) 邻甲苯磺酰胺 取本品 10 g，加氢氧化钠试液 70 ml 使溶解，用醋酸乙酯每次 30 ml，萃取 3 次。将全部醋酸乙酯萃出液合并，用氯化钠溶液 (1→4) 30 ml 洗涤后，加无水硫酸钠 5 g 脱水，然后将醋酸乙酯馏去。残留物加定量用的咖啡因醋酸乙酯溶液 (1→500) 5.0 ml 溶解，以此作为试验溶液。

另外，准确称取邻甲苯磺酰胺 0.10 g，加醋酸乙酯溶解至准确 100 ml。取此

液 1 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加定量用的咖啡因 醋酸乙酯溶液 (1→500) 5.0 ml 溶解, 作为标准溶液。

对于试验溶液和标准溶液, 按照下述条件进行气相色谱试验时, 试验溶液的邻甲苯磺酰胺的峰高 H 与咖啡因的峰高 H_1 之比 H/H_1 , 不超过标准溶液的邻甲苯磺酰胺的峰高 H' 与咖啡因的峰高 H'_1 之比 H'/H'_1 。

操作条件:

检出器: 氢焰离子化检出器。

柱 内径 3~4 mm 长度 1 m 的管子, 担体为 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土, 担体事先经过处理, 加琥珀酸聚乙二醇酯 3% 的氯仿溶液, 然后将氯仿蒸发, 以干燥物充填。

柱温 195~205°之间的一定温度。

载气及其流量氮, 调节氮的流量使咖啡因约在 6 分钟后出现。

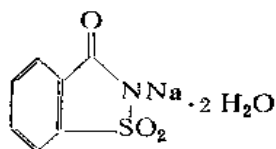
干燥减量 1.0% 以下 (2 g, 105°, 2 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.3 g, 加热水 75 ml 溶解, 冷后, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 3 滴)。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 18.318 mg $\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3\text{S}$

6. 糖 精 钠

Saccharin Sodium



$\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$; 241.19

本品干燥物定量时, 糖精钠 ($\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S}$; 205.16) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色~白色结晶或白色结晶性粉末, 味极甜。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→20) 呈钠盐的定性反应 (1)。

(2) 取本品 0.1 g 加氢氧化钠试液 5 ml 溶解, 慢慢加热使蒸发干涸, 小心加热勿使炭化, 熔解, 待氨的臭气消失后放冷, 残留物约加水 20 ml 溶解, 加稀盐酸中和后, 过滤, 滤液加氯化铁试液 1 滴时, 液体呈紫色~红紫色。

(3) 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解, 加稀盐酸 1 ml, 放置 1 小时, 滤取生成的白色结晶性沉淀, 水洗后, 在 105°干燥 2 小时, 测定熔点 (第 1 法) 为 224~230°。

(4) 本品 0.02 g 加间苯二酚 0.04 g 混合, 加硫酸 10 滴, 慢慢加热, 当混合物变为暗绿色时, 放冷, 加水 10 ml 和氢氧化钠试液 10 ml 溶解时, 液体发出绿色的荧光。

纯度试验 (1) 溶状 本品 1.0 g 加水 1.5 ml 或乙醇 50 ml 溶解时, 液体无色透明。

(2) 酸或碱 本品 1.0 g 加水 10 ml 溶解加酚酞试液 1 滴时, 液体无色。再加 0.1 N 氢氧化钠液 1 滴时, 液体变为红色。

(3) 重金属 取本品 1.0 g 加水 45 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水至 750 ml, 以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(4) 砷 本品 1.0 g 加水 5 ml 溶解, 以此作为试验溶液。采用装置 C, 如法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

(5) 苯甲酸盐和水杨酸盐 本品 0.5 g 加水 10 ml 溶解, 加醋酸 5 滴和氯化铁试液 3 滴时, 不产生沉淀。此外, 液体不呈紫色~红紫色。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.20 g, 加硫酸 5 ml 搅拌混合, 在 48~50°加温 10 分钟, 液体的颜色, 不深于 A 号比色液。

(7) 邻甲苯磺酰胺 本品 10 g 加水 50 ml 溶解, 用醋酸乙酯每次 30 ml 萃取 3 次, 将全部醋酸乙酯合并, 用氯化钠溶液 (1→4) 30 ml 洗涤, 加无水硫酸钠 5 g 脱水后, 将醋酸乙酯馏去。残留物加定量用咖啡因的醋酸乙酯溶液 (1→500) 5.0 ml 溶解, 以此作为试验溶液。

另外, 准确称取邻甲苯磺酰胺 0.10 g, 加醋酸乙酯溶解, 加到准确至 100 ml。取此液 1.0 ml, 在水浴上蒸发干涸, 残留物加定量用咖啡因的醋酸乙酯溶液 (1→500) 5.0 ml 溶解, 作为标准溶液。

对于试验溶液和标准溶液, 按照下述条件进行气相色谱法试验时, 试验溶液的邻甲苯磺酰胺峰高 H 与咖啡因峰高 H_1 之比 H/H_1 , 不超过标准溶液的邻甲苯磺酰胺峰高 H' 与咖啡因峰高 H'_1 之比 H'/H'_1 。

操作条件

检出器 氢焰离子化检出器。

柱 内径 3~4 mm, 长 1 m 的管子, 担体为 177~250 μm 的气相色谱用硅藻土。担体事先经过处理, 加琥珀酸聚乙二醇酯 3% 的氯仿溶液, 然后将氯仿蒸发, 以干燥物充填。

柱温 195~205°之间的一定温度。

载气及其流量: 氮, 调节氮的流量使咖啡因约在 6 分钟后出现。

干燥减量 15.0% 以下 (1 g, 120°, 4 小时)。

定量法 将本品干燥, 精确称量其约 0.5 g, 用水 20 ml 移至分液漏斗中, 加稀盐酸 2 ml, 生成的沉淀用 (1:9) 的乙醇和氯仿混合液抽提, 将小滤纸用与抽提液相同的混合液润湿后过滤。再用同样的混合液抽提 4 次, 每次用 20 ml, 抽出液每次都用前用的小滤纸过滤。将抽出液合并, 在水浴上蒸发完全干涸后, 将残留物溶解于 75 ml 热水, 冷后, 用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂: 酚酞试液 2 滴)。

0.1 N 氢氧化钠液 1 ml = 20.516 mg $\text{C}_7\text{H}_7\text{NNaO}_2\text{S}$

7. 脱脂乳粉

Skimmed Milk Powder

本品为脱脂牛乳干燥后的制品。

性 状 本品为带黄白色的粉末，稍有缓和的气味和口味。

确认试验 (1) 本品 5 g 加温水 50 ml，摇荡混合时，成为乳白色均质的液体，具有牛乳特有的气味。

(2) 取 (1) 的液体 10 ml，加稀醋酸 1 ml，煮沸时，产生白色凝固物。

纯度试验 (1) 淀粉或糊精 本品 1.0 g 加水 10 ml，摇荡混合，煮沸 1 分钟，冷后，加碘试液 1 滴时，液体不呈蓝色、紫色或红色。

(2) 重金属 取本品 1.0 g，小心用小火加热灰化，冷后，加王水 1 ml，在水浴蒸以干涸，残留物用盐酸 3 滴润湿，加热水 10 ml，加温 2 分钟。冷后，加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液至液体呈微红色，加稀醋酸 2 ml，必要时过滤，用水 10 洗涤，将洗液和滤液合并，加水至 50 ml。以此作为试验溶液，按第 4 法进行试验时，其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(3) 砷 在铂坩埚或磁坩埚中取本品 1.0 g，加硝酸镁-乙醇溶液 (1→50) 10 ml，将乙醇点火燃烧后，慢慢加热，然后在 450~500°灼烧灰化。冷后，残留物加稀盐酸 5 ml，加温溶解，以此作为试验溶液，采用装置 C，按方法进行试验时，其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 5.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 8.0% 以下 (第 3 法, 2 g)。

8. d-樟脑

d-Camphor

$C_{10}H_{16}O$; 152.24

本品是由樟木 [*Cinnamomum Camphora* Linné (*Lauraceae*)] 得到的一种萜烯酮。本品定量时，d-樟脑 ($C_{10}H_{16}O$) 的含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为无色或白色半透明的结晶、结晶性粉末或块状物，有特殊的香气，味稍苦，清凉。

确认试验 测定用定量法得到的 d-樟脑的 2, 4-二硝基苯腙的熔点为 175~179° (第 1 法)。

熔 点 177~182° (第 1 法, 用内径为 2.5 mm 的玻璃毛细管进行试验)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +41~+43 (5 g, 乙醇, 50 ml, 100 mm)。

纯度试验 (1) 水分 本品 1.0 g 中加二硫化碳 10 ml 摇匀时，液体不混浊。

(2) 氯化物 将本品研成粉末，取 0.20 g 于干燥的玻璃试管中，加过氧化钠

0.4 g, 倾斜 45°角固定上端, 从上向下慢慢加热到完全分解。在残留物中加热水 20 ml 溶解, 加 12 ml 硝酸调成酸性后, 过滤到奈斯勒管中, 每次用 5 ml 热水洗涤 3 次, 洗液合并到滤液中, 冷却后加水至 50 ml。加硝酸银试液 1 ml 充分摇匀放置 5 分钟, 此时液体混浊的程度不大于下面的比较液。

比较液: 用 0.01 N 盐酸 0.20 ml 同样程序进行操作。

(3) 蒸发残留物 将本品 2.0 g 在水浴上加热挥发, 再在 105°下干燥 3 小时, 此时其量在 1 mg 以下。

定量法 精确称取本品约 0.2 g, 放入 300 ml 的具塞烧瓶中, 加无醛乙醇 25 ml 溶解, 边振摇边慢慢加 2, 4-二硝基苯肼试液 75 ml, 装好回流冷凝器, 在水浴上加热 5 小时。冷却后, 加稀硫酸 (1→50) 100 ml, 放置 24 小时。用坩埚形玻璃过滤器 (1 G₄) 过滤生成的沉淀。用冷水洗涤残留物一直洗到洗液呈中性, 然后在 105°下干燥 2 小时称量, 该量即作为 *d*-樟脑的 2, 4-二硝基苯肼 ($C_{16}H_{20}N_4O_4$; 332.36) 的量。

d-樟脑 ($C_{10}H_{16}O$) 的量 (mg) = *d*-樟脑的 2, 4-二硝基苯肼 ($C_{16}H_{20}N_4O_4$) 的量 (mg) × 0.4580

9. *dl*-樟脑 (合成樟脑)

dl-Camphor

$C_{10}H_{16}O$; 152.24

本品定量时, *dl*-樟脑 ($C_{10}H_{16}O$) 的含量在 95.0% 以上。

性 状 本品为无色或白色半透明的结晶、结晶性粉末或块状物, 有特殊的香气, 味稍苦, 清凉。

确认试验 测定定量法得到的 *dl*-樟脑的 2, 4-二硝基苯肼的熔点为 164~168° (第 1 法)。

熔 点 175~180° (第 1 法, 用内径为 2.5 mm 的玻璃毛细管进行试验)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -1.5~+1.5° (5 g, 乙醇, 50 ml, 100 mm)。

纯度试验 适用 *d*-樟脑的纯度试验。

定量法 精确称取本品约 0.2 g, 适用 *d*-樟脑的定量法。

dl-樟脑 ($C_{10}H_{16}O$) 的量 (mg) = *dl*-樟脑的 2, 4-二硝基苯肼 ($C_{16}H_{20}N_4O_4$; 332.36) 的量 (mg) × 0.4580

10. 硫

Sulfur

S; 32.06

将本品干燥后定量时, 应含硫 (S) 99.5% 以上。

性 状 本品为淡黄色微细的无定形或结晶性粉末, 无臭无味。

- 确认试验** 本品点燃时,发出蓝色火焰,产生二氯化硫特殊的臭味。
- 纯度试验** (1) 液性 在 2.0 g 本品中,加 10 ml 水振摇混合,过滤后的液体显中性。
(2) 砷 在 2.0 g 本品中,加氨试液 10 ml,搅拌 3 小时过滤,将滤液在水浴上蒸发至干,加硝酸 1 ml,再蒸发干。在残留物中加 5 ml 水溶解,以此作试验溶液,用装置 C 依法进行试验,其允许范围在 10 ppm 以下。
- 干燥减量** 1.0% 以下 (1 g, 硅胶, 4 小时)。
- 灼烧残分** 0.3% 以下 (第 1 法, 1 g)。
- 定量法** 将本品干燥,精确称取约 1 g,加 50 ml 氢氧化钾-乙醇试液,煮沸溶解。冷却后加水至 250 ml。取该液 25 ml,加过氧化氢试液 50 ml,在水浴上加热 1 小时,然后加稀盐酸调到呈酸性,加水 200 ml,边煮沸边滴加热的氯化钡试液,直到不产生白色沉淀为止。将其在水浴上加热 1 小时,然后滤取沉淀并充分用水洗涤,将其灼烧到恒重后称量,即作为硫酸钡(BaSO_4 ; 233.40)的重量。用同样的方法做空白试验校正。
- 硫 (S) 的量 (mg) = 硫酸钡 (BaSO_4) 的量 (mg) $\times 0.1374$

11. 鱼 石 脂

Ichthammol

本品定量,对换算后的干燥物,应含氮 (NH_3 ; 17.03) 2.5% 以上,硫酸铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$; 132.13] 8.0% 以下,总硫 (S; 32.06) 含量在 10.0% 以上。

- 性 状** 本品为赤褐色~黑褐色的粘性液体,有特殊的臭味。
- 确认试验** (1) 在本品的水溶液 (1→10) 1 ml 中加盐酸 1 ml,此时析出黄褐色~黑褐色树脂状物质。
(2) 在 2 ml 本品水溶液 (1→10) 中,加 2 ml 氢氧化钠试液并煮沸,此时产生的气体使湿润的红色石蕊试纸变蓝。
- 纯度试验** (1) 铅 在 1.0 g 本品中,加硝酸 20 ml,加热浓缩到约 5 ml。冷却后,加硫酸 5 ml,加热到发生白烟。冷却后,加硝酸 5 ml 再加热到发生白烟。冷却后,再加过氯酸及硝酸的等容量混合液 5 ml,加热到产生白烟。液体仍然是褐色时,将其冷却,不时每次补加过氯酸和硝酸的等容量混合液 5 ml,液体加热到无色~微黄色为止。冷却后,加饱和草酸铵溶液 15 ml,再加热到产生白烟。冷却后,小心加水 10 ml,以此作为试验溶液进行试验,其允许范围在 10 ppm 以下。
(2) 砷 在 1.0 g 本品中,加硝酸镁-乙醇溶液 (1→20) 1 ml,用小火谨慎加热并炭化,再用 450° 灼烧灰化。冷却后,在残留物上加稀盐酸 10 ml,加热溶解后冷却。以此作试验溶液用装置 C 依法进行试验,其允许范围在 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 50% 以下 (0.5 g, 105°, 6 小时)。

灼烧残分 0.5%以下 (第2法, 对应1.0g量)。

定量法 (1) 氨 精确称取本品约5g, 放入氨定量法 (第2法) 装置的凯氏烧瓶A中, 加水60ml及辛醇1ml, 连接蒸馏装置进行蒸馏, 收集馏份约50ml, 将过量的硫酸用0.5N氢氧化钠液滴定 (指示剂: 甲基红试液3滴)。但是, 由漏斗B加的氢氧化钠溶液 (2→5) 为4.5ml, 在受器F中加0.5N硫酸30ml。用同样的方法进行空白试验。

$$0.5\text{ N 硫酸 } 1\text{ ml} = 8.515\text{ mgNH}_3$$

(2) 硫酸铵 精确称取本品约1g, 加乙醇25ml, 充分振荡混合后过滤, 用乙醇及乙醚的等容量混合液洗涤, 洗液洗到无色后, 将残留物及滤纸在室温下干燥。在残留物中, 加温热到70°的稀盐酸 (1→200) 200ml溶解并过滤。煮沸滤液, 再慢慢加30ml氯化钡试液, 之后在水浴上加热1小时, 将沉淀用定量分析滤纸 (5种C) 进行过滤, 用水洗涤沉淀, 经干燥后再灼烧到恒重, 冷却后称量作为硫酸钡 (BaSO_4 ; 233.40) 的量。

$$\text{硫酸铵}[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]\text{ 的量 (mg)} = \text{硫酸钡}(\text{BaSO}_4)\text{ 的量 (mg)} \times 0.5661$$

(3) 总硫 精确称取本品约0.6g, 放入200ml的凯氏烧瓶中, 加水30ml及氯酸钾5g, 之后再慢慢加硝酸30ml, 将液体加热浓缩到约5ml。然后用25ml盐酸将其洗入300ml的烧杯中, 再次加热浓缩到约5ml。加水100ml煮沸过滤, 用20ml水洗涤烧杯及滤纸, 将洗液合并到滤液中煮沸, 慢慢加入氯化钡试液30ml, 在水浴上加热1小时, 用定量分析用滤纸 (5种C) 滤取沉淀, 用水洗涤后干燥, 再灼烧到恒重。冷却后称重作为硫酸钡 (BaSO_4 ; 233.40) 的重量。

$$\text{总硫 (S) 的量 (mg)} = \text{硫酸钡}(\text{BaSO}_4)\text{ 的量 (mg)} \times 0.1374$$

12. 液化石油气

Liquefied Petroleum Gas

本品为从天然气或石油中分离精制的气体经液化后的物质, 主要含有丙烷、丁烷及异丁烷。本品定量时, 应含丙烷 (C_3H_8 ; 44.10)、丁烷 (C_4H_{10} ; 58.12) 及异丁烷 (C_4H_{10} ; 58.12) 的混合物在95.0%以上。

性 状 本品为无色透明的挥发性液体, 稍有特殊的气味。

相对密度 本品根据液化气试验法 (1) 相对密度测定法进行试验, 其相对密度为0.50~0.58。但是, 液体比重计要用液化石油气专用液体比重计。

纯度试验 (1) 硫化物或不饱和碳氢 将5g本品雾状喷到100ml烧杯中时, 不产生硫醇、硫化氢、丙烯或丁烯那样的气味。

(2) 蒸发残留物 取本品250g, 按液化气试验法 (4) 蒸发残留物试验第1法进行试验, 其允许范围在0.002%以下。但要干燥1小时。

水 分 本品按液化气试验法 (5) 水分定量法进行试验, 其允许范围在0.005%以下。

定量法 本品按液化气试验法(6)定量第1法进行试验定量。

13. 尿 素

Urea



$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$; 60.06

本品定量时, 尿素($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$)含量在99.0%以上。

性 状 本品为无色~白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 有冷凉的盐味。

确认试验 (1) 本品0.5 g加热时, 产生液化而发生氨的气味。进一步加热至液体混浊为止, 冷却, 生成的块子, 加水10 ml和氢氧化钠试液2 ml和混合液使溶解后, 加硫酸铜试液1滴时, 液体呈带红的紫色。

(2) 本品0.1 g加水1 ml溶解, 加硝酸1 ml时, 产生白色的结晶性沉淀。

熔 点 132.5~134.5°(第1法)。

纯度试验 (1) 氯化物 取本品2.0 g, 进行试验时, 其限度为0.007%以下。比较液取用0.01 N盐酸0.40 ml。

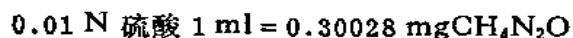
(2) 硫酸盐 取本品2.0 g, 进行试验时, 其限度为0.010%以下。比较液取用0.01 N硫酸0.40 ml。

(3) 重金属 取本品1 g加水溶解至40 ml, 加稀醋酸2 ml和水至50 ml, 以此作为试验溶液按第4法进行试验时, 其限度为20 ppm以下。比较液取用铅标准液2.0 ml。

(4) 乙醇不溶物 精确称取本品约5 g, 加温乙醇50 ml溶解, 用已知重量的坩埚形玻璃过滤器(G4)过滤, 残留物用温乙醇20 ml洗涤后, 将残留物和过滤器一起在105°干燥1小时, 其量在2.0 mg以下。

灼烧残分 0.10%以下(第1法, 1 g)。

定量法 精确称取本品约0.2 g, 加水溶解至200 ml。取此液5 ml, 准确量入凯氏定氮烧瓶中, 按照氮的定量法(第1法)进行试验。



14. 松 香

Resin

本品为松(*Pinus*)属植物(*Pinaceae*)的分泌物, 除去精油后得到的固体树脂。

性 状 本品为淡黄色~黑褐色玻璃样透明易碎的块状物, 往往在表面有粉末覆盖, 破碎面具有贝壳状光泽。本品无味, 稍有特异气味。

确认试验 本品0.1 g加醋酸酐10 ml, 加温溶解, 冷后, 加硫酸1滴时, 液体颜色呈紫红色, 以后变为紫色。

酸 价 150~180 (第 1 法, 0.5 g)。
纯度试验 液性 本品 0.1 g 加乙醇 10 ml 溶解后, 液体呈酸性。
灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

15. 苯酚 (石炭酸)

Phenol



C_6H_5O ; 94.11

本品定量时, 苯酚 (C_6H_5O) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色~微红色针状结晶或结晶块, 有特异气味。

确认试验 (1) 本品的水溶液 (1→10000) 5 ml, 滴加溴试液时, 生成白色沉淀。摇动时, 沉淀开始时溶解, 但加更多量试液时, 沉淀不溶解。
(2) 本品的水溶液 (1→100) 10 ml 中, 加氯化铁试液 1 滴, 液体呈紫蓝色。

纯度试验 (1) 溶状和液性 本品 1.0 g 加水 15 ml 溶解时, 液体澄明, 中性和稍带酸性。
(2) 蒸发残留物 精确称取本品约 5 g, 在水浴上蒸发, 残留物在 105° 干燥 1 小时, 其限度在 0.05% 以下。

定 量 法 精确称取本品约 1.5 g, 加水溶解, 配成 1000 ml, 取此液 25 ml 置于碘瓶中, 准确加入 0.1 N 溴液 30 ml 和盐酸 5 ml, 立即密塞, 屡屡摇荡约 30 分钟, 放置冷暗处约 15 分钟。然后加碘化钾溶液 (1→5) 5 ml 和氯仿 1 ml, 密塞后摇荡混合, 用 0.1 N 硫代硫酸钠滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。用同样方法进行空白试验。

0.1 N 溴液 1 ml = 1.5685 mg C_6H_5O

16. 甲 酚

Cresol

C_7H_8O ; 108.14

本品为甲酚异构体的混合物。

性 状 本品为无色或黄色~黄褐色透明液体, 具有苯酚样的气味。

确认试验 在本品的饱和水溶液 5 ml 中, 加稀氯化铁试液 1~2 滴时, 液体呈蓝紫色。

相对密度 d_{20}^{20} : 1.032~1.041 (第 1 法)。

纯度试验 (1) 烃 本品 1.0 ml, 加水 60 ml 溶解时, 其混浊度, 不比如下的比较液

浓。

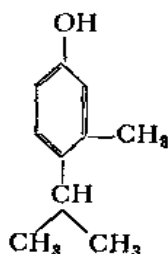
比较液：在 54 ml 水中加 0.01 N 硫酸 6.0 ml 和氯化钡试液 1.0 ml，振荡混合后，放置 5 分钟。

(2) 硫化物 取本品 20 ml 置于 100 ml 三角烧瓶中，在烧瓶口上挂有润湿的醋酸铅纸，在水浴上加热 5 分钟时，醋酸铅纸即使可能呈黄色，但不呈褐色或暗色。

蒸馏试验 90 V/V% 以上（第 2 法，196~206°）。

17. 异丙基甲酚

Isopropylmethylphenol



$C_{10}H_{14}O$, 150.22

本品定量时，含异丙基甲酚 ($C_{10}H_{14}O$) 95.0% 以上。

性状 本品为无色或白色针状结晶，几乎没有气味。

确认试验 (1) 加与本品等量的樟脑混合时，即变成液体。

(2) 取本品少许，加 1 ml 冰醋酸溶解，再加 6 滴硫酸及 1 滴硝酸，此时溶液现赤褐色。

(3) 在 1 g 本品中，加氢氧化钠溶液 (1→10) 5 ml，在水浴上加热时，变成无色~淡黄色的液体。趁热补加氯仿 2~3 滴振荡混合，此时液体显黄绿色。

(4) 在 0.05 g 本品中加乙醇溶解并定容至 100 ml，取此液 5 ml 加乙醇至 50 ml，该溶液在波长 279 ± 2 nm 处有最大吸收峰。

熔点 110~113° (第 1 法)。

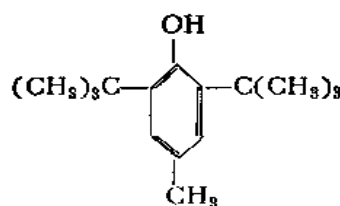
纯度试验 (1) 溶状 在 3.0 g 本品中加 10 ml 乙醇溶液时，液体澄清透明。

(2) 有机不纯物 在 1.0 g 本品中加 50 ml 乙醇溶解，取该液 10 μ l 在薄板上点滴，以苯作展开剂按薄层色谱法进行试验，使展开剂挥发后，在碘蒸气中放置数分钟，然后进行观察。此时不应该看到 2 个以上的黄色或黄褐色斑点。

定量法 精确称取本品约 0.05 g，溶于乙醇并定容至 100 ml，在 5 ml 该溶液中，加乙醇至 50 ml，层厚 10 mm，在吸收最大的 279 nm 波长处，测消光度 A。

$$\text{异丙基甲酚}(C_{10}H_{14}O)\text{的量(mg)} = \frac{A}{126} \times 10000$$

18. 二丁基对甲酚
Dibutyl hydroxy toluene

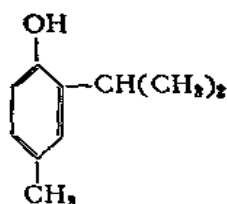


$C_{15}H_{24}O$; 220.35

- 性 状** 本品为无色结晶或白色结晶性粉末或为块状物，无气味，无味。
- 确认试验** (1) 本品 5 mg 加 5-亚硝基-8-羟基喹啉硫酸溶液 (1→100) 2 滴时，溶解而呈黄色，然后，液体变为红褐色。
(2) 本品的乙醇溶液 (1→30) 1 ml 加稀氯化铁试液 4 滴时没有呈色，但再加 α, α' -邻联吡啶小结晶时，液体呈红色。但是，稀氯化铁试液，要求在空白试验时不呈色。
- 熔 点** 68.5~71° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加乙醇 10 ml 溶解时，液体无色澄明。
(2) 氨水可溶物 本品 1.0 g 加水 10 ml 和浓氨水 1 ml，在水浴上屡屡摇动加热 3 分钟，冷后过滤。残留物用少量水洗涤，将洗液和滤液合并，在水浴上蒸发干涸后，将残留物放入干燥器 (硅胶) 中干燥至恒重为止，其量在 1 mg 以下。此外，在其上加氯化铁溶液 (1→100) 1 滴时，不呈色。
(3) 硫酸盐 取本品 0.5 g 加水 30 ml，在水浴上屡屡摇动加热 5 分钟，冷后过滤。滤液加稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml，以此作为试验溶液进行试验时，其限度为 0.02% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.20 ml。
(4) 重金属 本品 0.5 g 加稀醋酸 2 ml 和丙酮 35 ml，再加水至 50 ml，以此作为试验溶液按第 4 法进行试验时，其限度为 40 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
- 水 分** 0.2% 以下 (0.5 g)。
- 灼烧残分** 0.05% 以下 (第 1 法, 2 g)。

19. 百里 酚

Thymol



$C_{10}H_{14}O$; 150.22

本品定量时, 百里酚 ($C_{10}H_{14}O$) 含量在 98.0% 以上。

性 状

本品为无色结晶或白色结晶块状物, 有特异的香气。

确认试验

(1) 本品加等量的樟脑或薄荷脑混合时, 变为液体。

(2) 本品的冰醋酸溶液 (1→300) 1 ml, 加硫酸 6 滴和硝酸 1 滴时, 液体反射光呈蓝绿色, 透过光呈红紫色。

(3) 本品 1 g 加氢氧化钠溶液 (1→10) 5 ml。在水浴上加热溶解, 再继续加热数分钟时, 液体慢慢呈淡黄色, 将它在室温下放置时, 变为暗黄褐色。加氯仿 2~3 滴于此液后摇荡混合时, 液体慢慢变为紫色。

熔 点

49~51° (第 1 法)。

纯度试验

(1) 蒸发残留物 本品 2.0 g 在水浴上加热挥发, 残留物在 105° 干燥 2 小时, 其量在 1 ml 以下。

(2) 其他酚类 本品 1.0 g 加温水 20 ml 强力摇荡混合 1 分钟后, 过滤, 在滤液 5 ml 中加氯化铁试液 1 滴, 液体, 即使呈绿色, 也不呈蓝色~紫色。

定 量 法

精确称量本品约 0.5 g, 加氢氧化钠试液 10 ml 溶解, 加水至 100 ml。取此液 10 ml 置于碘瓶中, 加水 50 ml 和稀硫酸 20 ml, 在冰水中冷却 30 分钟。然后正确加入 0.1 N 溴液 25 ml, 立即密塞, 置于暗处冰水中屡屡摇混经 30 分钟放置后, 加碘化钾试液 14 ml 和氯仿 5 ml, 密塞后强力摇荡混合, 游离的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 3 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 溴 1 ml = 3.7555 mg $C_{10}H_{14}O$

20. 氯 代 丁 醇

Chlorobutanol



$C_4H_7Cl_2O$; 177.46

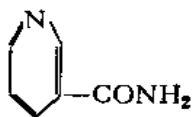
本品定量时, 换算为脱水物, 氯代丁醇 ($C_4H_7Cl_2O$) 含量在 98.0% 以上。

- 性 状** 本品为无色~白色结晶，有类似樟脑的气味。
- 确认试验** (1) 本品的水溶液 (1→200) 5 ml，加氢氧化钠试液 1 ml，再慢慢加碘试液 3 ml，产生黄色沉淀，并有碘仿的气味发生。
(2) 本品 0.1 g 加氢氧化钠试液 5 ml，振荡混合，加苯胺 3~4 滴，平稳地加热，产生苯基异腈化物的不快臭味。
- 纯度试验** (1) 液性 将本品粉碎，取其 0.1 g 加水 5 ml，振荡混合时，液体呈中性。
(2) 氯化物 本品 0.5 g 加稀乙醇 25 ml 溶解，加稀硝酸 6 ml 和水成为 50 ml。以此作为试验溶液，进行试验时其限度为 0.071% 以下。比较液取用 0.01 N 盐酸 1.0 ml 和稀乙醇 25 ml。
- 水 分** 6.0% 以下 (0.2 g)。
- 灼烧残分** 0.10% (第 1 法，1 g)。
- 定量法** 精确称取本品约 0.1 g，放入 200 ml 的三角烧瓶中，加乙醇 10 ml，加氢氧化钠试液 10 ml，装上回流冷凝器煮沸 10 分钟，冷后，加稀硝酸 40 ml 和准确的 25 ml 0.1 N 硝酸银液摇动混合，加硝基苯 3 ml，振荡混合至沉淀变硬为止。过量的硝酸银用 0.1 N 硫氰酸铵液滴定 (指示剂：硫酸铁铵试液 2 ml)。用同样的方法进行空白试验。

0.1 N 硝酸银液 1 ml = 5.915 mg $C_4H_7Cl_3O$

21. 烟 酰 胺

Nicotinamide



$C_6H_6N_2O$; 122.13

- 性 状** 本品干燥物定量时，烟酰胺 ($C_6H_6N_2O$) 含量在 98.0% 以上。
- 确认试验** (1) 将本品 5 mg 和 2, 4-二硝基氯苯 0.01 g 混合，在 5~6 秒间平稳地加热熔化，冷后，加氢氧化钾-乙醇试液 4 ml 时，液体呈红色。
(2) 本品 1 mg 溶于 pH 7.0 的磷酸盐缓冲溶液中，取此液 2 ml，加溴化氰试液 1 ml，在 80° 加热 7 分钟，急冷，加氢氧化钠试液 5 ml 放置 30 分钟，在紫外线下观察时，发出蓝色的荧光。
(3) 本品 0.02 g，加氢氧化钠试液 5 ml，小心煮沸时，发生的气体，使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。
(4) 将本品 0.02 g，溶于水成为 1000 ml，此液在波长 262 ± 2 nm 有极大吸收部，在 245 ± 2 nm 有极小吸收部，极大波长消光度 A_1 与极小波长消光度 A_2 的关系， A_2/A_1 为 0.63~0.67。
- 熔 点** 128~131° (第 1 法)。

- 纯度试验** (1) 液性 本品的水溶液 (1→10) 为中性。
 (2) 氯化物 取本品 0.50 g, 进行试验时, 其限度为 0.021% 以下。比较液为 0.01 N 盐酸 0.30 ml。
 (3) 硫酸盐 取本品 1.0 g, 进行试验时, 其限度为 0.019% 以下。比较液取用 0.01 N 硫酸 0.40 ml。
 (4) 重金属 本品 1.0 g 加水 20 ml 溶解, 加稀醋酸 2 ml 和水至 50 ml。以此作为试验溶液, 按第 4 法进行试验时, 其限度为 30 ppm 以下。比较液取用铅标准液 3.0 ml。
 (5) 硫酸呈色物 取本品 0.20 g, 进行试验时, 液体的颜色, 不比 A 号比色液深。
- 干燥减量** 0.5% 以下 (1 g, 105°, 4 小时)。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。
- 定量法** 将本品干燥, 精确称取约 0.3 g, 加非水滴定用冰醋酸 20 ml, 必要时加温溶解, 冷后, 加苯 100 ml, 用 0.1 N 过氯酸滴定 (指示剂: 结晶紫试液 2 滴)。滴定的终点, 为液体从紫色经蓝色变为蓝绿色。用同样的方法进行空白试验。

$$0.1 \text{ N 过氯酸 } 1 \text{ ml} = 12.213 \text{ mg C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$$

22. 聚乙烯粉 Polyethylene Powder

本品为乙烯聚合所得的聚乙烯。

- 性 状** 本品为白色粉末, 颗粒或小粒, 无气味或稍有特异的气味。
- 确认试验** 本品采用溴化钾片剂法进行红外线吸收光谱测定时, 具有高分子量正构石蜡同族体的特性吸收光谱。
- 熔 点** 100~120° (第 1 法)。
- 纯度试验** (1) 溶状 本品 1.0 g 加二甲苯 50 ml, 加热溶解时, 液体无色澄明。
 (2) 液性 本品 1.0 g 加入热的乙醇 1 ml 和热水 9 ml, 振荡混合放置时, 分离出来的液体呈中性。
 (3) 重金属 取本品 1.0 g, 用灼烧残留分试验法 (第 2 法) 灼烧灰化后, 加盐酸 2 ml 和硝酸 0.5 ml, 在水浴上蒸发干涸。残留物加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml, 作为试验溶液, 用第 4 法进行试验时, 其限度在 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
 (4) 砷 本品 1.0 g 加硝酸镁-乙醇溶液 (1→20) 1 ml, 在小火上当心加热, 然后在 450~500°灼烧至灰化为止。冷后, 在残留物中加稀盐酸 10 ml, 加温溶解, 以此作为试验溶液, 用装置 C 如法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。
- 干燥减量** 2.0% 以下 (1 g, 105°, 1 小时)。

灼烧残分 0.10%以下(第2法, 1g)。

23. 二氯二氟甲烷(氟利昂 12)

Dichlorodifluoromethane(Freon 12)

CCl_2F_2 ; 120.91

本品定量时, 二氯二氟甲烷(CCl_2F_2)含量在99.0%以上。

性 状 本品为无色透明挥发性液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品按照液化气试验法(2)确认试验(i)卤化物喷灯法进行试验时, 焰色呈绿色~蓝色。

(2) 本品按照液化气试验法(2)确认试验(ii)沸点测定法进行试验时, 其沸点为 $-27.8\sim-31.8^\circ$ 。

相对密度 本品按照液化气试验法(1)相对密度测定法进行试验时, 其相对密度为1.32~1.34。用浮秤时, 使用4号浮秤。

纯度试验 (1) 酸 本品按液化气试验法(3)酸测定法第2法进行试验时, 其限度为0.0001%以下。

(2) 蒸发残留物 本品按液化气试验法(4)蒸发残留物试验法第2法进行试验时, 其限度为0.01 V/V%以下。

水 分 本品按液化气试验法(5)水分定量法进行试验时, 其限度为0.001%以下。

定 量 法 本品按液化气试验法(6)定量法第2法进行试验。

24. 二氯四氟乙烷(氟利昂 114)

Dichlorotetrafluoroethane(Freon 114)

$\text{CClF}_2\text{CClF}_2$

$\text{C}_2\text{Cl}_2\text{F}_4$; 170.92

本品定量时, 二氯四氟乙烷($\text{C}_2\text{Cl}_2\text{F}_4$)含量在99.0%以上。

性 状 本品为无色透明挥发性液体, 稍有特异的气味。

确认试验 (1) 本品按照液化气试验法(2)确认试验(i)卤化物喷灯法进行试验时, 火焰呈绿色~蓝色。

(2) 本品按液化气试验法(2)确认试验(ii)沸点测定法进行试验时, 其沸点为 $1.8\sim5.8^\circ$ 。

相对密度 本品按液化气试验法(1)相对密度测定法进行试验时, 其相对密度为1.46~1.48。使用浮秤时, 用5号浮秤。

纯度试验 (1) 酸 本品按液化气试验法(3)酸测定法第2法进行试验时, 其限度为0.0001%以下。

(2) 蒸发残留物 本品按液化气试验法(4)蒸发残留物试验法第2法进行试验时, 其限度为0.01 V/V%以下。

水分 本品按液化气试验法 (5) 水分定量法进行试验时, 其限度在 0.002% 以下。
定量法 本品按照液化气试验法 (6) 定量法第 2 法进行试验。

25. 三氯一氟甲烷(氟利昂 11)

Trichloromonofluoromethane

CCl_3F ; 137.37

本品定量时, 三氯一氟甲烷 (CCl_3F) 含量在 99.0% 以上。

性状 本品为无色透明挥发性液体, 稍有特异气味。

确认试验 (1) 本品按液化气试验法 (2) 确认试验 (i) 卤化物喷灯进行试验时, 火焰呈绿色~蓝色。
 (2) 本品按液化气试验法 (2) 确认试验 (ii) 沸点测定法进行试验时, 其沸点为 21.8~25.8°。

相对密度 本品按液化气试验法 (1) 相对密度测定法进行试验时, 其相对密度为 1.48~1.50。使用浮秤时, 用 5 号浮秤。

纯度试验 (1) 酸 本品按液化气试验法 (3) 酸测定法第 1 法进行试验时, 其限度在 0.0001% 以下。
 (2) 蒸发残留物 本品按液化气试验法 (4) 蒸发残留物试验法第 3 法进行试验时, 其限度在 0.01 V/V% 以下。

水分 取本品 100 g, 立即放入测定烧瓶中, 按液化气试验法 (5) 水分定量法进行试验时, 其限度在 0.002 V/V% 以下。但是不用耐压试料采取器。

定量法 本品按液化气试验法 (6) 定量法第 2 法进行试验。

26. 甲基聚硅氧烷

Methyl Polysiloxane

本品是以硅氧烷键为骨架的直链状聚合物, 分子结构以 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO} \cdot [(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_n \cdot \text{Si}(\text{CH}_3)_3$ 表示, n 为 3~650。

性状 本品为无色透明液体或为粘性液体, 几乎无气味。

确认试验 (1) 本品用红外吸收光谱测定时, 有甲基聚硅氧烷的特性吸收。
 (2) 适用硅氧烷树脂的确认试验。

相对密度 d_{40}^{25} : 0.850~1.050 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{25} : 1.385~1.410。

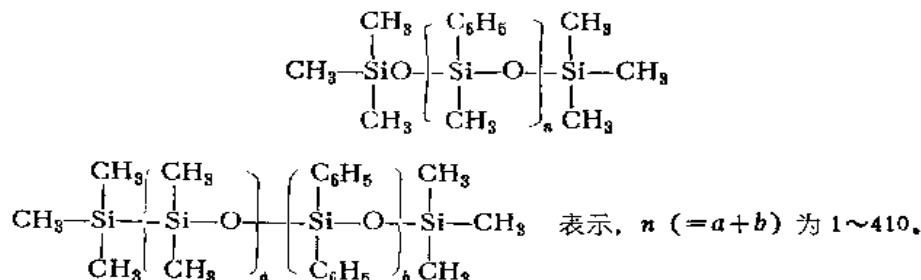
粘度 2~5000 cSt (第 1 法)。

纯度试验 液性 本品 10 g 加水 10 ml 煮沸时, 水层呈中性。

27. 甲基苯基聚硅氧烷

Methyl Phenyl Polysiloxane

本品是以硅氧烷键为骨架的直链状聚合物，其分子结构以



性 状 本品为无色~微黄色透明液体，几乎无气味。

确认试验 (1) 本品用红外吸收光谱测定时，有甲基苯基聚硅氧烷的特性吸收。
(2) 适用硅氧烷树脂的确认试验。

相对密度 d_{25}^{25} : 0.950~1.100 (第1法)。

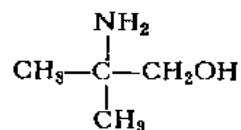
折光指数 n_D^{25} : 1.400~1.600。

粘 度 10~1000 cSt (第1法)。

纯度试验 液性 本品 10 g 加水 10 ml 煮沸时，水层呈中性。

28. 2-氨基-2-甲基-1-丙醇

2-Amino-2-methyl-1-propanol



$\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}$: 89.14

本品定量时，换算成脱水物，2-氨基-2-甲基-1-丙醇 ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}$) 的含量在 97.0% 以上。

性 状 本品为无色透明液体，或为白色的凡士林状物质，有特异的气味。

确认试验 (1) 将本品的乙醇溶液 (1→50) 2 滴，沾着于滤纸上；于其上，滴加 2 滴水合茛三酮-丁醇试液，在 105℃ 加热 10 分钟，即出现红紫色~紫色。
(2) 取本品的水溶液 (1→3) 2 ml，加热时发生的气体，使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。
(3) 取本品的水溶液 (1→3) 2 ml，加氯化钴试液 0.3 ml 时，液体呈红色~紫红色。

pH 本品 1 g 加新煮沸冷却的水 100 ml 溶解，溶解后液体的 pH 为 11.1~11.7。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 2.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度在 10 ppm

以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 本品 1.0 g 加硫酸 2 ml 和硝酸 5 ml, 平稳地加热。并不时追加硝酸, 每次 2~3 ml, 继续加热至液体变为无色~微黄色为止。冷后, 加草酸铵饱和溶液 15 ml, 加热浓缩至发生白烟为止。冷后, 加水配成 10 ml, 以此作为试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验, 其砷的限度, 在 2 ppm 以下。

水分 3.0%以下 (1 g)。

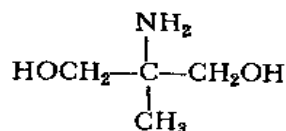
灼烧残分 0.05%以下 (第 2 法, 2 g)。

定量法 精确称取本品约 2.0 g, 加水 75 ml 溶解后, 用 1 N 盐酸滴定 (指示剂: 甲基红试液 2 滴)。滴定的终点, 为液体从黄色变为红色的转变点。

1 N 盐酸 1 ml = 89.14 ml C₄H₁₁NO

29. 2-氨基-2-甲基-1, 3-丙二醇

2-Amino-2-methyl-1, 3-propanediol



C₄H₁₁NO₂; 105.14

本品定量时, 换算成脱水物, 2-氨基-2-甲基-1, 3-丙二醇 (C₄H₁₁NO₂) 的含量在 97.0% 以上。

性状 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无气味, 或稍有微弱的特异的气味。

确认试验 (1) 将本品的乙醇溶液 (1→50) 2 滴, 沾着于滤纸上; 于其上, 滴加 2 滴水合茛三醇-丁醇试液, 在 105℃ 加热 10 分钟, 即出现红紫色~紫色。

(2) 取本品的水溶液 (1→3) 2 ml, 加热时发生的气体, 使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

(3) 取本品的水溶液 (1→3) 2 ml, 加氯化钴试液 0.3 ml 时, 液体呈红色~紫红色。

pH 本品 1.0 g 加新煮沸冷却的水 100 ml 溶解, 溶解后液体的 pH 为 10.6~11.2。

纯度试验 (1) 重金属 取本品 2.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度在 10 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(2) 砷 本品 1.0 g 加硫酸 2 ml 和硝酸 5 ml, 平稳地加热。并不时追加硝酸, 每次 2~3 ml, 继续加热至液体变为无色~微黄色为止。

冷后, 加草酸铵饱和溶液 15 ml, 加热浓缩至发生白烟为止。冷后, 加水配成 10 ml, 以此作为试验溶液, 采用装置 B 的方法进行试验, 其砷的限度, 在 2 ppm 以下。

水分 2.0%以下 (1 g)。

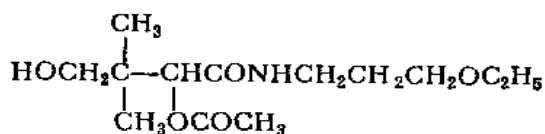
灼烧残分 0.05%以下(第2法, 2g)。

定量法 精确称取本品约2.0g, 加水75ml溶解后, 用1N盐酸滴定(指示剂: 甲基红试液2滴)。滴定的终点, 为液体从黄色转变为红色的转变点。

1N盐酸1ml = 105.14 mg $C_4H_{11}NO_2$

30. 乙酰基泛酸乙醚

Acetyl Pantothenylethyl Ether



$C_{13}H_{25}NO_5$, 275.34

本品定量时, 换算成脱水物, 乙酰基泛酸乙醚 ($C_{13}H_{25}NO_5$) 含量应为 96.0~104.0%。

性状 本品为无色~淡黄色粘性液体, 有特殊的气味。

确认试验 (1) 在0.05g本品中, 加5ml氢氧化钠试液溶解, 此液加1滴硫酸铜试液时, 溶液呈淡紫色。

(2) 在1.0g本品中, 加3ml乙醇及3ml硫酸振摇时, 有乙酸乙酯的香味。

(3) 在0.05g本品中, 加氢氧化钠试液5ml煮沸1分钟, 冷却后, 加稀盐酸2ml及氯化铁试液1滴时, 液体呈现黄色。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +23~+28° (换算成脱水物1g, 乙醇, 20ml, 100mm)。

纯度试验 (1) 溶性 本品1.0g加20ml水溶解时, 液体无色透明。

(2) 消光度 在5.0g本品中, 加5ml二噁烷溶解, 在层长10mm, 波长420nm处, 测其消光度在0.10以下。

(3) 重金属 称取本品1.0g, 按第1法进行试验时, 其允许范围在20ppm以下。用2.0ml铅标准溶液为比较液。

(4) 砷 称取本品2.0g, 按第1法配制成试验溶液, 用装置A依法进行试验, 其允许范围在1ppm以下。

水分 在0.50%以下(卡尔-费体法, 5g)。

灼烧残分 在0.10%以下(第1法, 1g)。

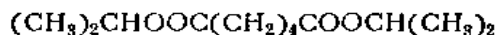
定量法 精确称取本品约0.05g, 按照氮定量法(第1法)进行试验。

0.01N硫酸1ml = 2.7534 mg $C_{13}H_{25}NO_5$

由此式得到的乙酰基泛酸乙醚及其水分数值, 再换算成脱水物的重量百分率(%)。

31. 己酸二异丙酯

Diisopropyl Adipate



$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_4$; 230.30

本品的主成分为异丙醇的己酸二酯。

- 性 状** 本品为无色透明液体，没有气味，或稍有极为微弱的特异的气味。
- 确认试验** 取本品 0.5 g，加稀氢氧化钾-乙醇试液 10 ml。装好回流冷却器，在加热时，就产生白色沉淀。加水 10 ml 后，沉淀就溶解。
- 相对密度** d_{20}^{20} : 0.950~0.975 (第 1 法)。
- 折光指数** n_D^{20} : 1.420~1.430。
- 酸 价** 1 以下 (第 1 法, 10 g)。
- 酯 价** 470~495 (第 1 法, 0.5 g)。
- 纯度试验** (1) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限量为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。
(2) 砷 取本品 1.0 g，按第 3 法调制试验溶液，采用装置 B 的方法进行试验时，其限量为 2 ppm 以下。
- 灼烧残分** 0.10% 以下 (第 3 法, 3 g)。

32. (辛酸/癸酸)甘油三酯

Caprylic/Capric Acid Triglyceride

本品为甘油与辛酸和癸酸的混合脂肪酸合成所得的甘油三酯，主要成分为 (辛酸/癸酸) 甘油三酯。

- 性 状** 本品为无色~淡黄色油液，几乎没有气味。
- 确认试验** (1) 本品 5 g 加 1 N 氢氧化钾-乙醇试液 50 ml，装好回流冷却器，在水浴上加温 2 小时。冷后，加水 50 ml，移转于分液漏斗中，加盐酸至酸性，用乙醚每次 20 ml 抽出 3 次，抽出时很好摇荡混合。乙醚层中加无水硫酸钠 5 g，放置 20 分钟后，过滤，从滤液中将乙醚馏去。取残留物 0.1 g 加三氟化硼-甲醇试剂 3 ml，在水浴上煮沸，待甲酯化后，加乙醚 30 ml，移转至分液漏斗中，加水 20 ml 摇荡混合。分取其乙醚层，加无水硫酸钠 3 g，放置 20 分钟后，过滤，从滤液中将乙醚馏去。残留物加己烷 5 ml 溶解，作为试验溶液。另外，取气相色谱用辛酸和癸酸 0.05 g 溶于三氟化硼-甲醇试剂 3 ml。以后如同试验溶液同样的配制法和操作得甲酯化物的己烷溶液，作为气相色谱用辛酸/癸酸标准溶液。对于试验溶液和标准溶液各 5 μl ，在下列操作条件下。按气相色谱法进行试验时，除溶剂峰以外，试验溶液的主要峰，与标准溶液的主要峰一致。

(2) (1) 的皂化后的乙醚抽出时的水层，置水浴上蒸发干涸，取其残留物 0.5 g，加脱水的吡啶 1 ml，加温抽出，加六甲基二硅氮烷 0.2 ml 和三甲基氯硅烷 0.1 ml，振荡混合后，放置 5 分钟，加己烷 3 ml 振荡混合，分取己烷层，加无水硫酸钠 1 g 脱水后，作为试验溶液。另外，取甘油 0.1 g 溶于吡啶 1 ml，加六甲基二硅氮烷 0.2 ml 和三甲基氯硅烷 0.1 ml，以后如同试验溶液同样的配制法和操作得三甲基硅氧化合物的己烷溶液，作为标准溶液。对于试验溶液和标准溶液各 5 μ l，按如下操作条件进行气相色谱法试验时，除溶剂峰以外，试验溶液的主要峰，与标准溶液的主要峰一致。

操作条件

检出器：氢焰离子化检出器。

分离管：内径 3~4 mm，长度 1 m 的管子，使用气相色谱用聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30) 以 15% 的比例被覆 149~177 μ m 的气相色谱用硅藻土充填。

分离管温度：120°附近的一定温度。

载体气体及其流量：氮，每分钟约 40 ml 的一定量。

相对密度 d_{20}^{20} : 0.945~0.955 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.446~1.452。

酸价 0.2 以下 (第 1 法, 20 g)。

皂化价 330~360。

碘价 1 以下。

羟价 6 以下。

水分 0.1% 以下 (2 g)。

灼烧残分 0.1% 以下 (第 2 法, 5 g)。

33. 己基癸基二甲基辛酯

Hexyldecyl Dimethyloctanoate

$C_{26}H_{52}O_2$: 398.70

性 状

本品主要成分为 2-己基癸醇的 2, 2-二甲基辛酸酯 ($C_{26}H_{52}O_2$)。

确认试验

本品为无色透明油液，无气味，或稍有特异的气味。

本品 5 g 加 0.5 N 氢氧化钾-乙醇试液 50 ml，装上回流冷凝器，放在水浴上屡屡摇动加热 6 小时。然后在减压下将乙醇馏去。残留物用温水 100 ml 洗到分液漏斗中。冷后加乙醚 50 ml 振荡混合萃取。然后继续用乙醚萃取 3 次，每次用乙醚 40 ml。然后在水层加甲基橙试液 2 滴，加温。在搅拌下滴加稀盐酸至液体呈红色为止。冷后加乙醚 50 ml，振荡混合萃取。乙醚层每次用水 20 ml 洗涤，直至洗液呈中性为止，加无水硫酸钠 3 g，振荡混合后脱水，用滤纸过滤。减压馏去滤液中的乙醚，测定残留物的酸价时 (第 2 法, 0.3 g)，酸价为 313~340。

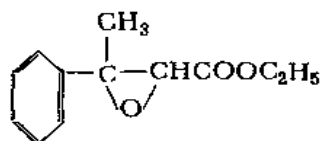
相对密度 d_{25}^{25} : 0.856~0.866 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{25} : 1.441~1.451。
 酸 价 1 以下 (第 1 法, 10 g)。
 碘 价 1 以下。
 羟 价 2.5 以下。
 纯度试验 溶状 本品 2.0 g 加乙醇 10.0 ml 溶解, 液体澄明。
 灼烧残分 0.10% 以下 (第 2 法, 2 g)。

34. 甲基苯基缩水甘油酸乙酯

Ethyl Methylphenylglycidate

(AldehydeC-16)



$C_{12}H_{14}O_3$; 206.24

本品定量时, 甲基苯基缩水甘油酸乙酯 ($C_{12}H_{14}O_3$) 含量在 98.0% 以上。

性 状 本品为无色~微黄色透明液体, 有特异的香气。

确认试验 本品 0.3 ml, 加氢氧化钠试液 3 ml, 煮沸 5 分钟时溶解。将它用紫外线照射时, 发生绿色荧光。冷后, 加稀盐酸, 在水浴中加热摇荡时, 发生特异的香气。

相对密度 d_4^{20} : 1.091~1.113 (第 1 法)。

折光指数 n_D^{20} : 1.504~1.513。

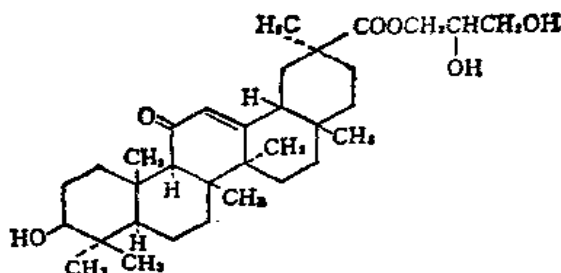
酸 价 2.0 以下 (第 1 法, 5 g)。

纯度试验 溶状 本品 1.0 ml, 加稀释乙醇 (d_4^{15} : 0.889~0.890) 6 ml 溶解时液体澄明。

定 量 法 精确称取本品约 1 g, 按香料试验法 (2) 酯含量测定法进行试验。
 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 103.12 mg $C_{12}H_{14}O_3$

35. 甘油基甘草亭酸酯

Glyceryl Glycyrrhetinate



$C_{33}H_{52}O_6$; 544.70

本品干燥物定量时，甘油基甘草亭酸酯 ($C_{33}H_{52}O_6$) 含量为 95.0~105.0%。

性 状 本品为白色~微黄色粉末，无气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加氢氧化钾-乙醇试液 20 ml，装上回流冷却器在水浴上加热 2 小时并时时摇动。冷后，以酚酞试液为指示剂用稀盐酸中和后，减压浓缩至 20 ml。将析出的沉淀物过滤，在此滤液中加硫酸氢钾 0.5 g，加热时，发生丙烯醛样的刺激臭。

(2) 将 (1) 的过滤残渣用水充分洗净后，在 105°干燥 1 小时。取其约 10 mg，加乙醇 2 ml，摇荡混合，加硫酸 4 ml 和香兰素-乙醇试液 1 ml 时，液体呈红紫色。

熔 点 122~130° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.20 g 加乙醇 30 ml 溶解时，液体澄明。

(2) 甘草亭酸 称取本品 1.0 g，加等容量的氯仿-乙醇混合液 10 ml 和酚酞试液 3 滴，用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液滴定时，甘草亭酸在 6.0% 以下。这里，需进行空白试验作修正。

0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 1 ml = 47.07 mg $C_{30}H_{48}O_4$

(3) 氯化物 本品 0.20 g 加氯仿 10 ml 和乙醇 30 ml 溶解。加稀硝酸 3 ml 和硝酸银试液 1 ml，放置 10 分钟时，液体的浊度，不比下列比较液浓。

比较液：氯仿 10 ml 加乙醇 30 ml，稀硝酸 3 ml，0.01 N 盐酸 0.3 ml 和硝酸银试液 1 ml。

(4) 硫酸盐 本品 0.10 g 加氯仿 10 ml 和乙醇 30 ml 溶解。加水 4 ml，稀醋酸 1 ml 和氯化钡试液 3 滴，放置 10 分钟时，液体的浊变，不比下列比较液浓。

比较液：氯仿 10 ml 加乙醇 30 ml，水 4 ml，稀醋酸 1 ml，0.01 N 硫酸 0.30 ml 和氯化钡试液 3 滴。

(5) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(6) 砷 取本品 1.0 g, 按第 3 法操作, 采用装置 B 的方法进行试验时, 其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 5.0% 以下 (1g, 105°, 2 小时)。

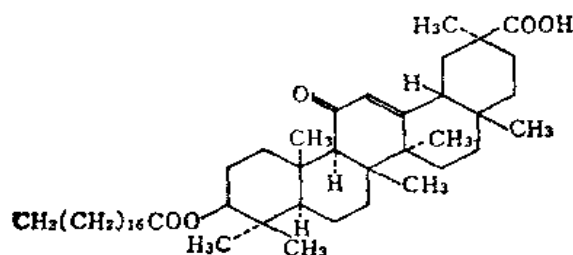
灼烧残分 1.5% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取其约 0.03 g, 加乙醇溶解, 正确配成 100 ml。正确量取此液 10 ml, 加乙醇正确配成 100 ml。以此作为试验溶液。以乙醇为对照液测定层长 10 mm, 在波长 248 nm 附近的吸收极大波长的吸光度 A。

$$\text{甘油基甘草亭酸酯 (C}_{88}\text{H}_{152}\text{O}_8) \text{ 的量 (mg)} = \frac{A}{165} \times 10000$$

36. 甘草亭基硬脂酸酯

Glycyrrhetinyl Stearate



C₄₈H₈₀O₅; 737.16

本品干燥物定量时, 甘草亭基硬脂酸酯 (C₄₈H₈₀O₅) 含量在 95.0% 以上。

性状 本品为白色~微黄色的结晶性粉末, 几乎没有气味。

确认试验 (1) 本品 0.5 g 加稀氢氧化钾-乙醇试液 20 ml, 装上回流冷却器, 在水浴上加热 3 小时。冷后, 加甲基橙试液 2 滴, 细心滴加稀盐酸中和。然后, 将乙醇馏去后, 在水浴上蒸发干涸。残留物加石油醚 150 ml, 再度装上回流冷却器, 振荡混合并在水浴上加热 30 分钟。冷后, 过滤, 滤液加无水硫酸钠 3 g, 放置 20 分钟后, 过滤。从滤液中馏去石油醚, 残留物加甲醇 10 ml, 在水浴上加热溶解后, 在 5° 以下放置 2 小时。将生成的结晶过滤出来, 风干后, 在 105° 干燥 30 分钟。冷后, 测定其熔点时 (第 2 法), 为 65~70°。

(2) 将 (1) 的石油醚不溶物干燥后, 取 10 mg, 加乙醇 2 ml, 振荡混合, 加硫酸 4 ml 和香兰素-乙醇试液 1 ml 时, 液体呈红紫色。

熔点 218~225° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.20 g 加乙醇 30 ml, 在 40° 溶解时, 液体为无色而澄明。

(2) 氯化物 本品 0.20 g, 加氯仿 10 ml 和乙醇 30 ml 溶解后, 加稀硝酸 3 ml 和硝酸银试液 1 ml, 放置 10 分钟时, 液体的浊度, 不比下述的比较液浓。

比较液: 氯仿 10 ml, 加乙醇 30 ml, 稀硝酸 3 ml, 0.01 N 盐酸 0.30 ml 和

硝酸银试液 1 ml。

(3) 硫酸盐 本品 0.10 g 加氯仿 10 ml 和乙醇 30 ml 溶解后，加水 4 ml，稀醋酸 1 ml 和氯化钡试液 2 ml，放置 10 分钟时，液体的浊变，不比下述的比较液浓。

比较液：氯仿 10 ml，加乙醇 30 ml，水 4 ml，稀醋酸 1 ml，0.01 N 硫酸 0.30 ml 和氯化钡试液 2 ml。

(4) 重金属 取本品 1.0 g，按第 2 法操作，试验进行时，其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(5) 砷 本品 1.0 g 加硝酸 10 ml 和硫酸 5 ml。小心加热。进一步，时时每次加硝酸 2~3 ml 后加热，直至液体变为无色~微黄色为止。冷后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热至发生白烟为止。冷后，加水配成 10 ml，以此作为试验溶液，采用装置 A 的方法进行试验时，其限度在 2 ppm 以下。

干燥减量 0.5% 以下 (2 g, 105°, 1 小时)。

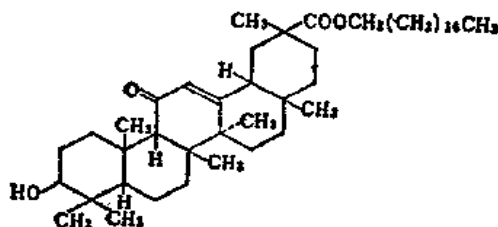
灼烧残分 0.2% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥，精密称量其约 30 mg，加乙醇溶解，配成正确 100 ml。正确量取此液 10 ml，加乙醇配成正确 100 ml。测定层长 10 mm，波长 249 nm 附近的吸收极大波长处的吸光度 A。

$$\text{甘草亭基硬脂酸酯}(\text{C}_{48}\text{H}_{80}\text{O}_5)\text{的量}(\text{mg}) = \frac{A}{164} \times 10000$$

37. 硬脂基甘草亭酸酯

Stearyl Glycyrrhetinate



$\text{C}_{48}\text{H}_{82}\text{O}_4$: 723.17

本品干燥物定量时，硬脂基甘草亭酸酯 ($\text{C}_{48}\text{H}_{82}\text{O}_4$) 含量为 95.0~102.0%。

性状 本品为白色~带黄白色的结晶性粉末，几乎无臭。

确认试验 (1) 本品 1 mg 加硫酸 3 ml，在水浴上加热 5 分钟后，用波长 360 nm 附近的紫外线照射时，发出黄色的荧光。

(2) 取 (1) 的溶液加香兰素-乙醇试液 2 ml 时，液体呈深红紫色。

(3) 本品 1 g 加氢氧化钾-乙醇试液 20 ml，装上回流冷却器，在水浴上加热 6 小时。冷后，用水 10 ml 和乙醇 10 ml 转移到分液漏斗中，加己烷 50 ml，振荡混合后静置，分取己烷层。再同样操作 2 次，将得到的己烷层水洗，然后

加无水硫酸钠 5 g, 振荡混合后过滤。滤液在水浴上蒸发干涸后, 加丙酮 10 ml, 加热溶解, 冷却使产生结晶, 过滤。再同样操作 2 次, 测定所得结晶的熔点 (第 2 法) 为 54~61°。

熔 点 70~77° (第 1 法)。

纯度试验 (1) 溶状 本品 0.20 g 加乙醇 30 ml 溶解, 液体几乎无色澄明。

(2) 甘草酸 取本品 1.0 g, 加入等容量的预先中和的氯仿和乙醇的混合溶液 10 ml, 酚酞试液 3 滴和 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液 0.4 ml 时, 液体呈红色。

(3) 氯化物 本品 0.20 g 加氯仿 10 ml 和乙醇 30 ml 溶解, 加稀硝酸 3 ml 和硝酸银试液 1 ml, 放置 10 分钟时, 液体的混浊度不比下面的比较液浓。比较液: 氯仿 10 ml, 加乙醇 30 ml, 0.01 N 盐酸 0.30 ml 和硝酸银试液 1 ml。

(4) 硫酸盐 本品 0.10 g 加氯仿 10 ml 和乙醇 30 ml 溶解, 加水 4 ml, 稀醋酸 1 ml 和氯化钡试液 2 ml, 放置 10 分钟时, 液体的混浊度, 不比下面的比较液浓。

比较液: 氯仿 10 ml, 加乙醇 30 ml, 水 4 ml, 稀醋酸 1 ml, 0.01 N 硫酸 0.30 ml 和氯化钡试液 2 ml。

(5) 重金属 取本品 1.0 g, 按第 2 法操作, 试验进行时, 其限度为 20 ppm 以下。比较液取用铅标准液 2.0 ml。

(6) 砷 取本品 1.0 g 和硝酸 10 ml 和硫酸 5 ml, 小心加热。然后屡屡每次加硝酸 2~3 ml, 继续加热液体呈无色~微黄色为止。冷后加饱和草酸铵溶液 15 ml, 加热至产生白烟为止。冷却后, 加水至 10 ml, 以此作试验溶液, 采用装置 A 如法进行试验时, 其限度为 2 ppm 以下。

干燥减量 1.0% 以下 (1 g, 减压, 五氧化二磷, 5 小时)。

灼烧残分 0.10% 以下 (第 1 法, 1 g)。

定量法 将本品干燥, 精确称取约 0.03 g, 加乙醇溶解并准确加至 100 ml。取此液 10 ml, 加乙醇至准确 100 ml, 以此作为试验溶液, 以乙醇为对照液, 测定层长 10 mm, 在波长 248 nm 附近的最大吸收处测消光度 A。

$$\text{硬脂基甘草亭酸酯}(\text{C}_{48}\text{H}_{82}\text{O}_4)\text{的量}(\text{mg}) = \frac{A}{163} \times 10000$$

38. 天然胶乳

Natural Rubber Latex

本品为橡胶树渗出的乳状液经浓缩后加氨水的产物。

性 状 本品为乳白色的稍有粘性的液体, 有氨臭。

确认试验 (1) 将本品反复涂于载玻片, 风干制成厚度 2~4 mm 的薄膜, 然后将它浸渍于浓硫酸 10 ml 中, 玻璃板上的薄膜约在 20 分钟后变色, 从黄褐色变为红褐色。进一步浸渍经 1 小时后水洗时, 薄膜变为灰白色而不透明, 硬而脆。

(2) 将 (1) 的方法制成的薄膜置于蒸发皿内, 加热分解至产生白烟为止, 发生的白烟, 与事先用三氯醋酸-异丙醇溶液 (3→10) 润湿过的下述试验纸接触时, 呈蓝色~蓝紫色。

试验纸: 对-二甲氨基苯甲醛 3.0 g 和对苯二酚 0.05 g, 加乙醇 100 ml 溶解, 将滤纸浸渍于此溶液后风干。

pH 10.0~11.0。

粘度 本品在 25° 试验时, 其粘度为 0.15 Pa·s 以下 (2 号, 60 转, 1 分)。

纯度试验 (1) 淤渣分 50 ml 的离心沉淀管 2 支, 各取本品 50.0 g, 离心分离 (约 2300 rpm) 20 分钟。将上面产生的乳油状物除去, 用移液吸管在淤渣表面约 1 cm 处吸取液体吸至距淤渣约 1 cm 处。然后在离心沉淀管中加入浓氨水-乙醇和水的混合液 (14:473:1405) 至沉淀管的上部为止, 很好搅拌混合后, 再次离心分离 (约 2300 rpm) 25 分钟, 再用吸管将液体吸掉至距淤渣表面约 1 cm 的位置为止。反复操作直至吸出的液体透明为止。2 支离心沉淀管中的淤渣用浓氨水、乙醇和水的混合液 (14:473:1405) 洗涤并移转至重量已知的蒸发皿中。然后将它在水浴上加热, 差不多蒸发完了后, 再在 68~72° 干燥至恒重为止, 置于干燥器中放冷, 称其重量, 按次式计算时, 其限度在 0.1% 以下。

$$\text{淤渣分}(\%) = \frac{\text{干燥沉淀物的重量 (g)}}{\text{试料的重量 (g)}} \times 100$$

(2) 凝固分 本品 200.0 g 加油酸钾溶液 (1→20) 200 ml, 好好搅拌混合后, 在重量已知的 80 目的不锈钢制标准筛上过滤, 筛上的凝固物用油酸钾溶液洗至乳状液消失为止。然后再用水洗, 洗好后将筛在 68~72° 干燥至恒重为止, 在干燥器 (硅胶) 中放冷后, 称量其重量。按次式计算蒸发残留物量中的凝固分时, 其限度为 0.08% 以下。

$$\text{凝固分}(\%) = \frac{\text{干燥凝固物的重量 (g)}}{\text{试料的重量 (g)} \times \text{蒸发残留物的量} / 100} \times 100$$

(3) 甲醛 取本品 5.0 g 置于水蒸汽蒸馏烧瓶中, 加水 50 ml 和磷酸溶液 (5→25) 3 ml 后, 受器中放水 10~20 ml, 冷却器的接管浸入水中后, 进行水蒸汽蒸馏, 待馏液达到 190 ml 时, 停止蒸馏, 加水至正确配成 200 ml, 作为试验溶液。试验溶液和甲醛标准液各取正确 10 ml, 各加乙酰丙酮试液 5.0 ml, 好好摇动混合, 在 40° 的水浴中加温 30 分钟, 在室温放置 30 分钟后, 各各以乙酰丙酮试液 5.0 ml 加于水 5.0 ml 后加入, 用同样的操作以作对照, 在层长 10 mm, 波长 412~415 nm 的极大波长处测定吸光度 A 和 A₀。

另外, 取试验溶液 5 ml, 用 pH 6.5 的甲醛定量用醋酸-醋酸铵缓冲液 5.0 ml 代替乙酰丙酮试液, 加入试验溶液中, 采用同样的操作后, 以水作为对照, 如同测定吸光度 A 和 A₀ 的情况和相同的层长和相同的波长测定吸光度 A。

按下式求甲醛的量时, 其限度为 20 ppm 以下。

$$\text{试样 1g 中甲醛的量(ppm)} = K \times \frac{A - A_0}{A_s} \times E \times \frac{1}{\text{试样采取量 (g)}}$$

K: 甲醛标准液的浓度 ($\mu\text{g/ml}$);

E: 200。

(4) 铅 本品 2.5 g 置于凯氏定氮烧瓶中,加硫酸 5 ml 和硝酸 10 ml,缓缓加热。并时时每次追加硝酸 5 ml,持续加热至液体变为无色~微黄色为止。冷后,加饱和草酸铵溶液 10 ml,缓缓加热浓缩至发生白烟为止。冷后加甲基红试液 2 滴,烧瓶边冷却边滴加浓氨水至液体呈黄色为止。再加水配成 50 ml,作为试验溶液。取此试验溶液 20 ml,试验进行时,其限度在 20 ppm 以下。

(5) 砷 取(4)的试验溶液 8 ml,采用装置 B 的方法进行试验时,其限度为 5 ppm 以下。

全碱分 取本品 5.0 g,加水配成正确 500 ml,正确取其 50 ml,加水 200 ml,用 0.1 N 盐酸滴定时(指示剂:甲基红试液 1 ml),氨 (NH_3) 对于本品中的水分换算后的值为 0.4~2.3%。滴定的终点为液体从黄色变为红色。用同样的方法进行空白试验以作修正。

$$\text{全碱分(\%)} = \frac{0.1 \text{ N 盐酸的消耗量} \times 1.703}{\text{试料的重量(g)} \times (100 - \text{蒸发残留物的量})} \times 100$$

蒸发残留物 取本品 2.5 g 在 68~72°加温至产生皮膜为止后,在 105°干燥至恒重,在干燥器(硅胶)中放冷后,称其重量时,其量在 61.5% 以上。

灼烧残分 1.0% 以下(第 2 法, 1 g)。

39. 酯 胶

Ester Gum

本品主要为松香酸甘油酯。

性 状 本品为淡黄色~淡褐色透明的玻璃样固体块状,没有气味或稍有特殊的气味。

确认试验 (1) 在 1 g 本品粉末中加 5 ml 氢氧化钠试液及 5 ml 水,剧烈振摇时,液体呈淡黄色混浊,有泡沫。

(2) 在 0.5 g 本品粉末中加硫酸氢钾 1 g 并进行加热时,产生丙烯醛样的刺激性臭味。

(3) 在 0.1 g 本品粉末中加 10 ml 无水醋酸,在水浴上加热溶解,冷却后加 1 滴硫酸时,液体立即现紫红色。

软化点 80~88°。

酸 价 8 以下(第 1 法, 3 g)。

纯度试验 (1) 溶状 在 0.50 g 本品粉末中加 10 ml 甲苯溶解后,液体几乎透明。而在 10 g 本品粉末中加 10 ml 甲苯,加温到 70~75°溶解后,趁热过滤,将滤

液放置 24 小时，此时液体澄清透明。

(2) 重金属 取本品 1.0 g 按照灼烧残分试验法（第 2 法）加热，在残留物中加 1 ml 盐酸及 0.2 ml 硝酸，在水浴上加热干涸后，加 1 ml 稀盐酸及 30 ml 水，加热溶解，冷却后，滴加氨试液成中性后，加 2 ml 稀醋酸并加水至 50 ml，以此作为试验溶液按第 4 法进行试验，其允许范围在 40 ppm 以下。用 4.0 ml 铅标准液为比较液。

(3) 砷 在 0.50 g 本品中，加 5 ml 硫酸及 5 ml 硝酸并慢慢加热，再不时每次补加 2~3 ml 硝酸。一直加热到液体变成无色~淡黄色为止。冷却后，加饱和草酸铵溶液 15 ml，加热浓缩到产生白烟并剩 2~3 ml 为止。冷却后加水至 10 ml，以此作试验溶液用装置 C 依法进行试验，其允许范围在 4 ppm 以下。

灼烧残分 0.10% 以下（第 2 法，1 g）。

七、要求特殊说明的化妆品原料

(一) 需要表示成分的 98 种化妆品原料

(按昭和 55 年 9 月 26 日厚生省第 167 号布告)

- | | |
|----------------------------------|-------------------------|
| 1. 苯甲酸及其盐类 | 2. 鱼石脂 |
| 3. 异丙基甲基苯酚 | 4. 十一烯酸及其盐类 |
| 5. 十一烯酸乙醇酰胺 | 6. EDTA 及其盐类 |
| 7. 烷基三甲基氯化铵 | 8. 二硬脂基二甲基氯化铵 |
| 9. 硬脂基二甲基苄基氯化铵 | 10. 硬脂基三甲基氯化铵 |
| 11. 十六烷基三甲基氯化铵 | 12. 十六烷基吡啶氯化物 |
| 13. 苄基氯化物 | 14. 苄基杀菌氯化物 |
| 15. 月桂基三甲基氯化物 | 16. 溶菌酶氯化物 |
| 17. 烷基二氨基乙基甘氨酸盐酸盐 | 18. 氯己定盐酸盐 |
| 19. 联苯胺盐酸盐 | 20. 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮 |
| 21. 邻苯基苯酚 | 22. 儿茶酚 |
| 23. 斑蝥酐 | 24. 愈创萘 |
| 25. 愈创萘磺酸钠 | 26. 葡萄糖酸氯己定盐 |
| 27. 甲酚 | 28. 氯胺-T |
| 29. 氯二甲酚 | 30. 氯甲酚 |
| 31. 甘油基对氯苯醚 | 32. 氯丁醇 |
| 33. <i>dl</i> - α -生育酚醋酸酯 | 34. 羊毛醇聚氧乙烯醚醋酸酯 |
| 35. 醋酸羊毛脂 | 36. 羊毛醇醋酸酯 |
| 37. 水杨酸及其盐类 | 38. 水杨酸苯酯 |
| 39. 二异丙醇胺 | 40. 二乙醇胺 |
| 41. 桂醛酯 | 42. 二特丁基甲酚 (抗氧剂 264) |
| 43. 烷基异噻唑啉溴化物 | 44. 十六烷基三甲基溴化铵 |
| 45. 杜米吩溴化物 | 46. 生姜酐 |
| 47. 十八醇-2 | 48. 十六醇 |
| 49. 十六烷基硫酸钠 | 50. C_{16}/C_{18} 脂肪醇 |
| 51. 虫胶 | 52. 山梨酸及其盐类 |
| 53. 百里酚 | 54. 直链烷基苯磺酸钠 |
| 55. 秋兰姆 | 56. 脱氢醋酸及其盐类 |
| 57. 天然橡胶乳液 | 58. 辣椒酐 |
| 59. <i>dl</i> - α -生育酚 | 60. 黄耆胶 |

- | | |
|--------------------------|--------------------------|
| 61. 三异丙醇胺 | 62. 三乙醇胺 |
| 63. 2, 4, 4'-三氯-2'-羟基二苯醚 | 64. 三氯二苯脲 |
| 65. 烟酸苄酯 | 66. 香草基壬酰胺 |
| 67. 对氨基苯甲酸酯 | 68. 对羟基苯甲酸酯 (尼泊金) |
| 69. 对氯苯酚 | 70. 对苯酚磺酸锌 |
| 71. 卤二苯脲 | 72. 2-(2-羟基-5 甲基苯基) 苯并三唑 |
| 73. 焦性没食子酸 | 74. 苯酚 |
| 75. 丁基羟基茴香醚 | 76. 丙二醇 |
| 77. 六氯酚 | 78. 苄醇 |
| 79. 没食子酸丙酯 | 80. 聚乙二酚 (平均分子量 600 以下) |
| 81. 月桂醇聚氧乙烯醚硫酸盐 | 82. 聚氧乙烯羊毛脂 |
| 83. 羊毛醇聚氧乙烯醚 | 84. 激素 |
| 85. 十四酸异丙酯 | 86. 十二烷基硫酸盐 |
| 87. 月桂基肌氨酸钠 | 88. 羊毛脂 |
| 89. 液体羊毛脂 | 90. 氢化羊毛脂 |
| 91. 羊毛醇 | 92. 硬质羊毛脂 |
| 93. 加氢羊毛醇 | 94. 羊毛脂肪酸异丙酯 |
| 95. 羊毛脂脂肪酸聚氧乙烯酯 | 96. 间苯二酚 |
| 97. 松香 | 98. 从煤焦油制取的色素 |

(二) 必须注明使用期的化妆品原料

(昭和 55 年 9 月 26 日厚生省第 166 号布告)

1. 化妆品

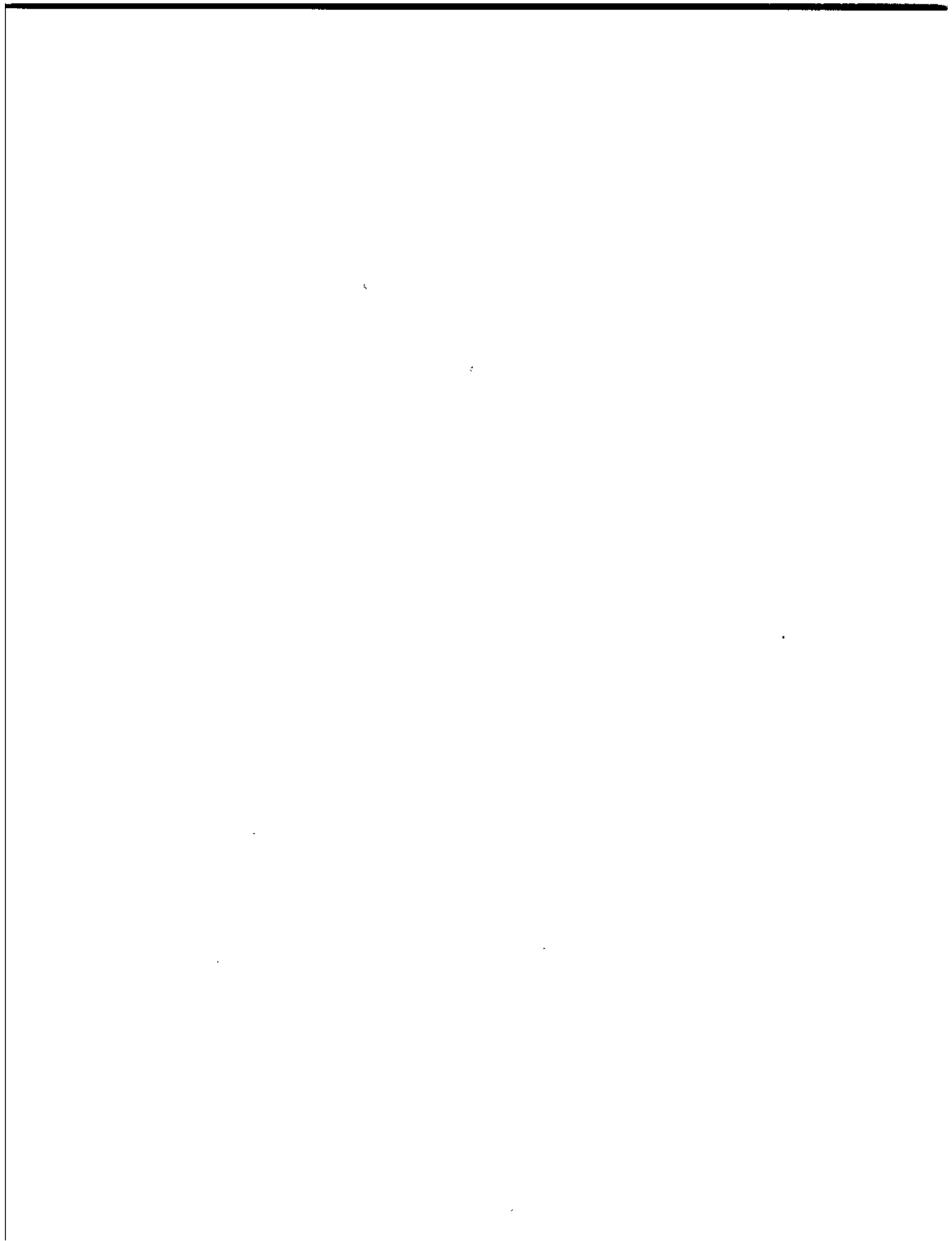
- (1) 抗坏血酸及其酯和盐, 含酶制剂的化妆品
- (2) 除 1 以外, 制造后在适当条件保存三年内有变质危险的化妆品

2. 医药外用品

- (1) 抗坏血酸及其酯和盐的制剂
- (2) 过氧化物及其制剂
- (3) 酶制剂
- (4) 半胱氨酸及其盐酸盐制剂
- (5) 磺胺类制剂
- (6) 巯基乙酸类制剂
- (7) 维生素 E 制剂
- (8) 对苯二胺等氧化染料制剂
- (9) 维生素 A 油制剂
- (10) 除虫菊系杀虫粉剂
- (11) 有机磷杀虫剂粉剂
- (12) 视黄醇及其酯的制剂

第 二 部 分

一 般 试 验 法



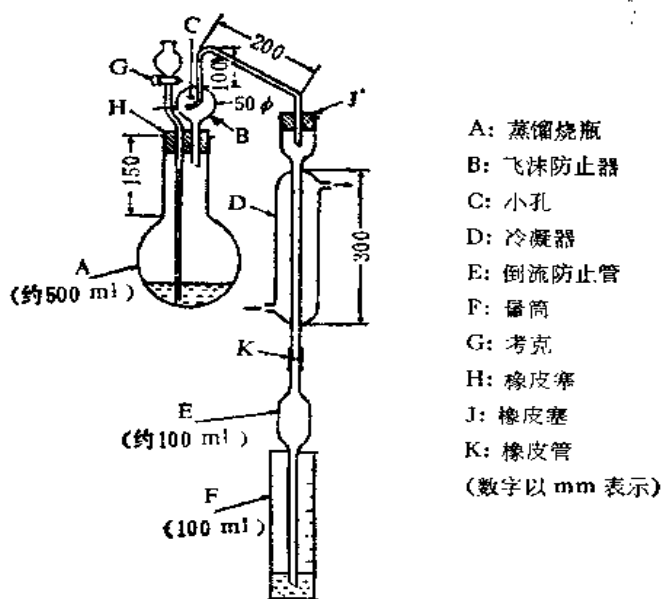
1. 氨 试 验 法

氨试验法，是测定化妆品原料中混入的游离氨，是否在允许限度内的试验方法。其限度一般以重量百分率(%)表示。

第 1 法

装置

试验装置如图所示。用硬质玻璃制造，其连接部分最好用磨口塞。若装置用橡皮塞连接，则都要在 NaOH 试液中煮沸 10~30 分钟，然后再在水中煮沸 30~60 分钟，最后用水洗净方可使用。



操作

除了另有规定以外，根据化妆品原料各条中规定的试料数量，投入蒸馏烧瓶 A 中，加水 140 ml 和氧化镁 2 g，连接好蒸馏装置。受器 F 中放入硼酸溶液(1→200)20 ml 作为吸收液。将冷凝器的下端浸入吸收液中，以每分钟 5~7 ml 的馏出速度来调节加热温度，直至蒸出 60 ml 蒸馏液为止。将冷凝器的下端和液面分离，并用少量水洗涤其接触部位，将量筒加水至 100 ml，作为试验溶液。

比较液则根据化妆品原料各条中所规定的氨标准液量取，投入蒸馏烧瓶 A 中，以后按试验溶液调制法同样操作。

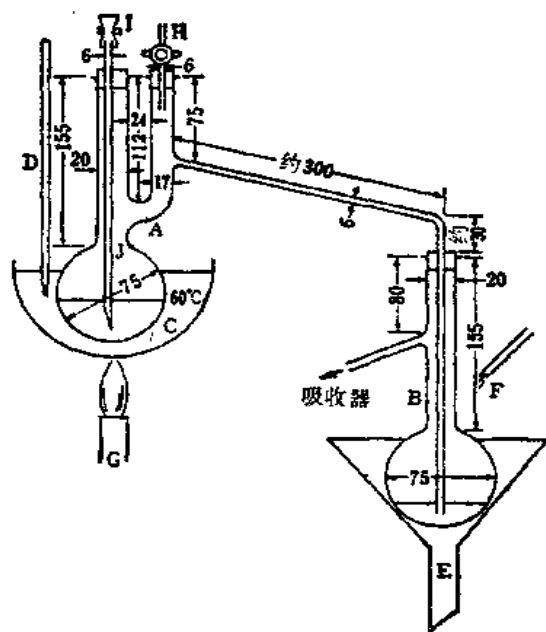
取试验溶液和比较液各 30 ml，分别投入纳氏比色管(Nessler tube)，加苯酚-硝普酸钠试液 6.0 ml 混合，然后加次亚氯酸钠-氢氧化钠试液 4 ml 和水，配成 50 ml，混合后放置 60 分钟。两管均用白色背景，从上面和侧面观察液体的色泽进行比较。

试验溶液的颜色深度，不能比比较液深，才算合格。

第 2 法

装置

使用图示的装置。



- A: 克氏烧瓶 200 ml
- B: 带有支管的烧瓶 200 ml
- C: 水浴
- D: 温度计
- E: 漏斗
- F: 冷却水
- G: 煤气灯
- H: 玻璃考克
- I: 附有螺旋夹的橡皮管
- J: 防止突沸用玻璃管
- (数字以 mm 表示)

操作

除了另有规定以外，将化妆品原料各条中所规定的量投入克氏烧瓶中，加水 70 ml 和氧化镁 1 g，并和减压蒸馏装置连接。受器为带有支管的烧瓶 B，在其中投入 0.1 N 盐酸 2 ml，冷凝器之下端浸没在此酸液中，蒸馏液至约得馏液 40 ml。但是，水浴的温度需保持在 $60 \pm 2^\circ$ 。将馏液和受器的少量水洗液一起倒入纳氏管中，加氢氧化钠试液 5 ml 和水使成 50 ml，再加纳氏(Nessler)试液 0.5 ml，作为试验溶液。比较液根据化妆品原料各条中所规定的氨标准液量取，加到纳氏管中，加氢氧化钠试液 5 ml 和水成为 50 ml，再加 0.5 ml 纳氏试液。从上面和侧面观察两管液体的色泽进行比较，试验溶液的呈色，不得深于比较液。

2. 阴离子表面活性剂定量法

阴离子表面活性剂定量法，就是把试料中所含的阴离子表面活性剂，直接用阳离子表面活性剂进行分相滴定。或者用阴离子表面活性剂间接进行分相滴定，进行定量。

第 1 法

除了另有规定以外，精确称取约含阴离子表面活性剂 1 g 的试料，加水溶解配成 1000 ml，以此作为试验溶液。取试验溶液 10 ml，加入 100 ml 刻度量筒中，加酸性亚甲基蓝试液 25 ml、氯仿 15 ml 及水 20 ml，用 0.004 mol/L 氯化苄基鏍液(Benzethonium-chloride solution)滴定。滴定时，开始每次加 1 ml，强烈振荡混合后静置。若分为 2 层的速度加快，则减少每次滴定量，在接近终点时，注意每次滴加 1 滴，记录其消耗量为 a (ml)。滴定的终点，需用白色背景观察，待两层的蓝色相同时作为终点。

另外, 取水 30 ml 放入 100 ml 刻度量筒中, 加酸性亚甲基蓝试液 25 ml 及氯仿 15 ml。按试验溶液滴定法滴定, 但滴定时注意每次只加 1 滴, 其终点与前相同, 当两层达到同一蓝色为终点, 其消耗量为 b (ml)。根据下式, 对 0.004 mol/L 氯化苄杀镕液 的量进行修正。

$$\text{修正后的 } 0.004 \text{ mol/L 氯化苄杀镕液 (ml)} = a \times \frac{10}{10-b}$$

0.004 mol/L 氯化苄杀镕液 1 ml = 0.004 × 阴离子表面活性剂的分子量 (mg)

第 2 法

除了另有规定者以外, 精确量取约含阴离子表面活性剂 2 g 的试料, 加水溶解, 配成 1000 ml 作为试验溶液。在 100 ml 刻度量筒中加试验溶液 10 ml, 加酸性亚甲基蓝试液 25 ml 和氯仿 15 ml, 再加 0.004 mol/L 氯化苄杀镕液 20 ml, 强烈振荡混合后用 0.004 mol/L 月桂基硫酸钠液滴定。在滴定开始时, 每次加 2 ml, 强烈振荡混合后静置分层, 等分层速度加快, 即减少每次滴定量, 快近终点时, 注意每次滴加 1 滴。滴定的终点, 需用白色背景观察, 当两层的蓝色相同时作为终点。用同样的方法进行空白试验。

0.004 mol/L 月桂基硫酸钠液 1 ml = 0.004 × 阴离子表面活性剂的分子量 (mg)

3. 液化气试验法

(1) 相对密度测定法

相对密度测定法采用耐压圆筒的浮秤进行测定。浮秤需用乙醇洗净。将试料倒入置有浮秤的耐压圆筒后, 要小心摇荡使试料混合。在规定温度下浮秤静止时, 即读取液体月牙面上边刻度数字, 作为相对密度。

装置 如下页图所示。

操作

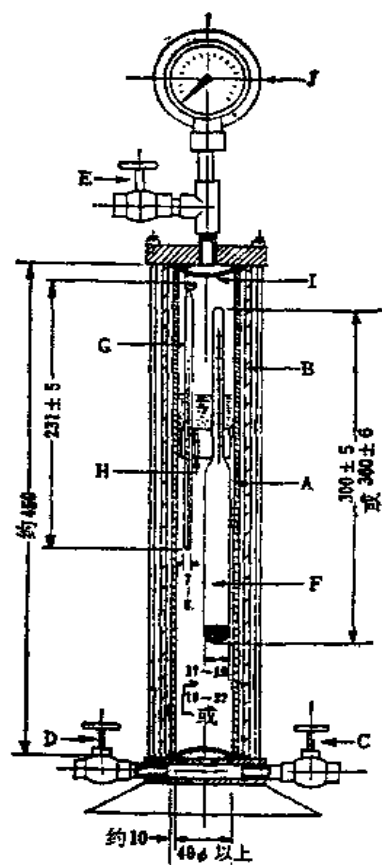
除了另有规定以外, 根据化妆品原料各条规定使用装有浮秤的如图所示的装置。用试料导入管连接试料容器阀和入口阀 C, 然后开启试料容器阀和阀门 C, 取出适量试料。关闭试料容器阀和 C, 检查装置确认没有泄漏。然后开启出口阀 D, 将耐压玻璃制圆筒 A 内的空气用试料蒸气置换, 待 A 内试料没有液状残留物时, 关闭 D 阀, 然后再开试料容器阀和 C 阀, 除了另有规定以外, 根据 A 内浮秤浮起的状况确定试料的取量, 再关闭试料的容器阀和 C, 最后卸除试料导入管。将装置放入调整到 $20 \pm 5^\circ$ 的恒温槽中, 不时摇动注意勿使浮秤 F 破损。反复操作直至高流动点测定用温度计 G 或 F 的温度计指示在 $20 \pm 5^\circ$ 为止。当 F 静止时, 即读取液体月牙面上边的刻度。作为液体相对密度。

操作注意事项

- (i) 测定要在压力 0.1 MPa (10 kg/cm²) (表压) 以下进行。
- (ii) 可燃性试料 (液化石油气) 取样时, 要特别注意切勿着火。
- (iii) 装置中有试料存在的状态下, 要避免冲击和直射日光的照入。

(2) 确认试验

- (i) 卤化物喷灯法



- A: 耐压圆筒为玻璃制(必须同心, 厚薄均匀), 内径 40 mm 以上, 壁厚约 10 mm, 长度约 450 mm
 B: 透明塑料制保护筒(此保护筒的上下部设有消压间隙)
 C: 入口阀
 D: 出口阀
 E: 蒸气放出阀
 F: 浮秤(聚四氟乙烯浮秤 4 号或 5 号液化石油气则用液化石油气浮秤)
 G: 高流动点温度计(但是, 若用液化石油气浮秤时可以用不用)
 H: 温度计保持用板弹簧
 I: 垫料
 J: 压力计
 (数字以 mm 表示)

耐压玻璃制圆筒 A 和透明塑料制保护筒 B 用塑料固定在固定入口阀 C 和出口阀 D 的底座上, 然后将浮秤 F 和固定高流动点温度计 G 的温度计保持用板弹簧放入 A 中, 再用垫料 I 固定附有蒸气入放出阀 E 的上盖, 所有阀门 C、D 和 E 均关闭。

卤化物喷灯法系使用卤化物喷灯, 燃烧时挥发性有机物中含有的卤素产生焰色反应(卤化铜), 观察其火焰颜色变化的试验方法。

装置 如下页图所示。

操作

将底盖 H 取下, 将甲醇加到燃料筒 A 中, 使灯芯润湿, 然后拧紧 H, 在加热容器 D 中, 倒入 D 容量的 1/3~2/3 甲醇后点火。当 D 的甲醇将要烧完之前, 开调节阀手柄 E, 于是 A 内的甲醇蒸气和从吸气管 F 来的空气形成混合气体着火, 在铜制焰环 G 附近燃烧。注意调剂火焰, 勿使火焰过大, 使试料蒸气和 F 来的空气靠近, 观察火焰颜色的变化。

(ii) 沸点测定法

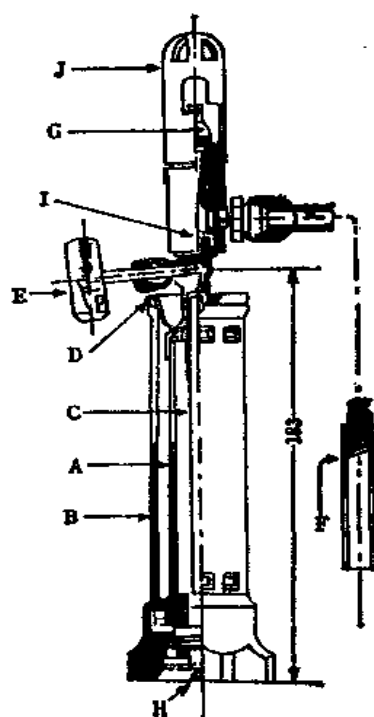
沸点测定法, 是测定液体在沸腾时的温度作为沸点的测定方法。

操作

除了另有规定以外, 取试料 50 ml 置于 100 ml 烧杯中, 插入高流动点测定用温度计。在加热时必须小心, 到达沸腾状态时, 读取沸点温度。

(3) 酸测定法

酸测定法, 是将试料中的酸用水溶出, 再用氢氧化钠液进行滴定。以盐酸(HCl)的量作为酸量进行测定。



- A: 燃料筒
B: 保持筒
C: 灯芯
D: 加热容器
E: 调节阀手柄
F: 吸气管(顶端附有乙烯管)
G: 铜制焰环
H: 底盖(在底部中央螺丝拧进式)
I: 喷嘴
J: 焰筒
(数字以 mm 表示)

第 1 法

除了另有规定的以外，取试料 100 g 加 20° 以下的水 100 ml，在分液漏斗中小心振荡混合，勿使分液漏斗中的压力过高，时刻注意开塞放出气体。内溶液充分混合后分层，取出水层。再在试料层中加 20° 以下的水 100 ml，如此操作 3 回。将第 1 回和第 2 回的水层合并，加酚酞试液 3 滴，用 0.01 N 氢氧化钠液滴定。滴定的终点，必需使液体的红色持续 30 分钟。另外将分取的第 3 回和第 4 回水层合并，把它作为空白试验溶液。用同样方法进行空白滴定。

$$\text{酸(HCl)的量(\%)} = \frac{(a - b) \times 0.000365}{\text{试料量(g)}} \times 100$$

a: 试验溶液 0.01 N 氢氧化钠液的消耗量 (ml);

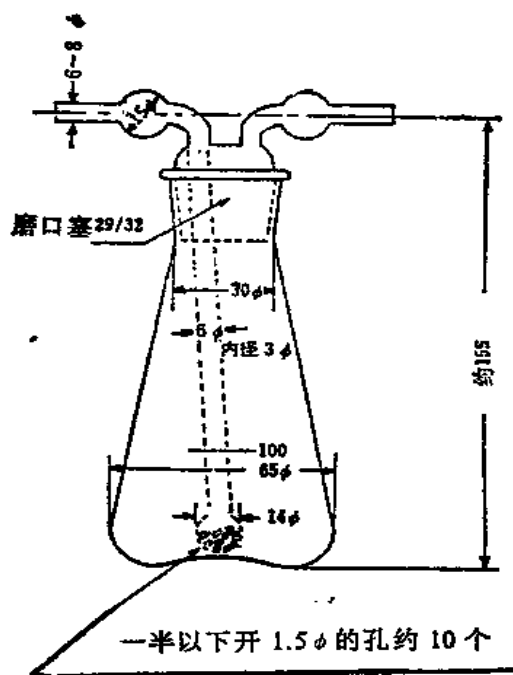
b: 空白试验液 0.01 N 氢氧化钠液的消耗量 (ml)。

第 2 法

将图 1 所示的吸收瓶 4 只，各放入水 100 ml，用橡皮管串连起来，把第 1 只吸收瓶和图 2 所示的磨口塞三角烧瓶连接起来，然后，除了另有规定外，将冷却至 -50° 以下的试料 100 g 通过导入管，从冷却至 -50° 以下的试料容器中取出，从试料容器的液层进入磨口塞三角瓶中，放置在室温下令其蒸发，待试料挥发以后，将第 1 和第 2 吸收瓶的水合并，作为试验溶液。

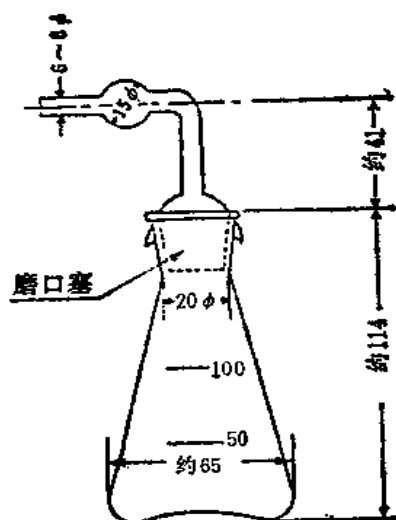
将磨口塞三角烧瓶用新煮沸后冷却的水 10 ml 洗涤，把洗液和试验溶液合并。另外将第 3 和第 4 吸收瓶的水合并，加入新煮沸后冷却的水 10 ml，作为空白试验溶液。

将试验溶液和空白试验溶液用第 1 法定定，试料中的酸量以盐酸(HCl)的量表示。



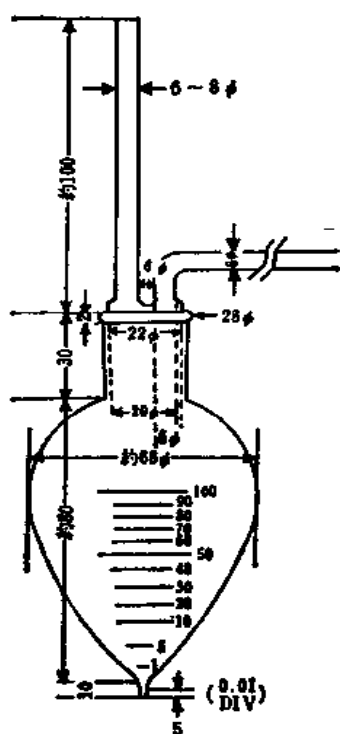
(数字以 mm 表示)

图 1



(数字以 mm 表示)

图 2



(数字为 mm, 标线为 ml)

(4) 蒸发残留物试验法

蒸发残留物试验法, 是将试料在室温或水浴上蒸发。测定试料中高沸点残留物的重量或容量。

第 1 法

除了另有规定以外, 根据规定的试料的量, 从冷却至 -50° 以下的试料容器中取出 (用冷却至 -50° 以下的导入管从液层中取出) 在室温下蒸发, 然后将残留物再在 $105 \sim 110^{\circ}$ 按各条中所规定的时间进行干燥, 干燥后放入干燥器 (装有硅胶) 中冷却后称重。

第 2 法

除另有规定者以外, 从冷却至 -50° 以下的试料容器中直接取出试料或通过冷却至 -50° 以下的导入管中取出试料 100 ml, 送入如图所示的蒸发管中, 蒸发管置于 -40° 以下的冷却浴中。然后将试料在室温下慢慢蒸发。蒸发后, 将蒸发管内壁用三氯三氟乙烷 (简称氟利昂 113) 5 ml 洗涤。当蒸发到达标线 1 ml 处时放入 $70 \sim 80^{\circ}$ 水浴中加热 30 分钟。待蒸发管中残留的氟利昂 113 蒸气被空气置换以后, 读取蒸发管刻度, 作为蒸发残留物的量 ($V/V\%$)。

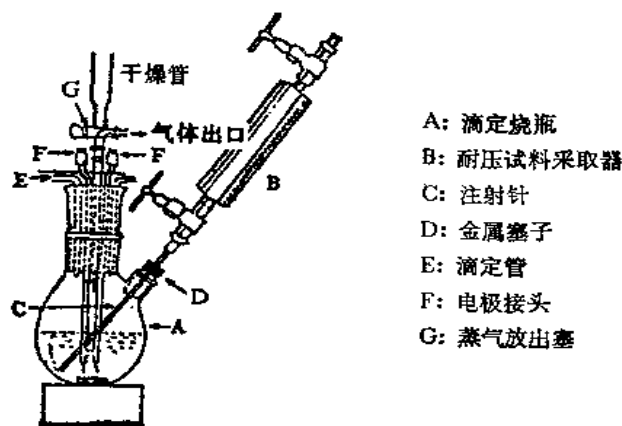
第 3 法

除了另有规定以外，从试料液层取出试料 100 ml 置于如图所示的蒸发管中。然后将蒸发管放在 50~80° 的水浴中加温，使试料慢慢蒸发。蒸发后将蒸发管内壁用第 2 法同样的方法处理，直至得出读数。

(5) 水分定量法

水分定量法，除了另有规定以外，一般采用滴定烧瓶和耐压试料采取器，使用一般试验法的水分定量法，对水分进行定量

装置 采用图示的装置。



操作

将 Karl Fischer 用甲醇和乙二醇的等容混合液 100 ml 倒入干燥的滴定烧瓶 A 中加 Karl Fischer 试液至终点。此外，除另有规定以外，用干燥的耐压试料采取器 B 取试料 50~100 g，称其重量（将 B 和试料容器用试料导入管连接，注意从试料的液层部，将 B 和试料导入管中的空气用试料蒸气置换后取样）。然后，将注射针 C 接在 B 的顶端，并通过金属塞 D 插入 A 的底部，注射时使 A 内的液体搅拌混合，B 的开关微开，注意勿使蒸气放出塞 G 处有飞沫放出，G 处放出量控制试料每分钟加入速度 0.3~0.5 L。试料加完后，将 B 和 C 拔出，称取 B 的重量，作为试料采取量。直接用 Karl Fischer 试液滴定至终点。

$$\text{水(H}_2\text{O)} \% = \frac{\text{Karl Fischer 试液消耗量(ml)} \times f}{\text{试料量(g)} \times 10}$$

f : Karl Fischer 试液的力价 ($\text{H}_2\text{Omg/ml}$)。

(6) 定量法

一般试验法使用气相色谱法中的第 3 法，即面积百分率法进行试验，所得气相色谱各成分峰值面积，用半值幅法进行计算。

第 1 法

除另有规定以外，从液层部取 1~5 ml 试料进入气相色谱用气体计量管或注射器中。然后按照下列任一种操作条件进行气相色谱法的试验。所得色谱除了空气以外，用半值幅法求出各成分峰值面积。主要 3 种成分保持时间的顺序为：丙烷，异戊烯和丁烷，乘以修正系数，从下式计算液化石油气的量 (%)。

液化石油气的量(%)

$$= \frac{A_P S_P f_P + A_{IB} S_{IB} f_{IB} + A_B S_B f_B}{A_P S_P f_P + A_{IB} S_{IB} f_{IB} + A_B S_B f_B + \dots A_a S_a f_a + \dots} \times 100$$

A : 成分的峰值面积 (cm^2);

S : 成分的增幅感度比;

f : 修正系数;

P : 丙烷, IB : 异丁烷, B : 丁烷, a : 其它成分。

操作条件

(1) 检出器: 热传导型检出器(灵敏度 1 mV 或 2 mV)

分离柱: 内径 3~6 mm, 长度 3~8 m 的柱。管内装入 10~35% 顺丁烯二酸二丁烯浸过的气相色谱用耐火砖土(149~540 μm)或气相色谱用硅藻土。

分离柱温度: 0~50°之间的一定温度。

载气(Carrier gas)及其流速: 氢或氮, 每分钟 5~100 ml 之间的一定量。

(2) 检出器: 热传导型检出器(灵敏度 1 mV 或 2 mV)

分离柱: 内径 3~6 mm, 长度 3~8 m 的柱。管内装入 15~30% 邻苯二甲酸二辛酯浸过的 149~540 μm 气相色谱用耐火砖土或气相色谱用硅藻土。

分离柱温度: 0~50°之间的一定温度。

载气及其流速: 氢或氮, 每分钟 10~100 ml 之间的一定量。

修正系数

烃 名	载 气	氮	氢
乙	烷	1.72	1.55
丙	烷	1.31	1.19
异 丁	烷	1.04	1.03
丁	烷	1.00	1.00
异 戊	烷	0.85	0.90
戊	烷	0.81	0.84

第 2 法

除了另有规定以外, 从液层部收取试料 1~5 ml 以气态进入气相色谱用气体计量管或注射器。(但是, 三氯一氟甲烷则用气相色谱用微注射器收取试料 0.01~0.02 ml)。然后, 按照下列任一种操作条件进行气相色谱法试验。所得色谱除了空气以外, 用半值幅法求出各成分峰值面积。按下式计算主成分的量 (%)。

$$\text{主成分的量}(\%) = \frac{A_m S_m}{A_m S_m + A_a S_a + A_b S_b + \dots} \times 100$$

$A_m, A_a, A_b \dots$ 主成分 m 和其它成分 $a, b \dots$ 的峰值面积 (cm^2);

$S_m, S_a, S_b \dots$ 主成分 m 和其它成分 $a, b \dots$ 的增幅感度比。

操作条件

(1) 检出器: 热传导型检出器(灵敏度 1 mV 和 2 mV)。

分离柱: 内径 3~6 mm, 长 3 m 以上的柱, 管内装入用 20~30% 正十八烷浸过的

149~350 μm 的气相色谱用耐火砖土或气相色谱用硅藻土。

分离柱温度: 20~80°之间的一定温度。

载气及其流速: 氢或氮, 每分钟 30~60 ml 之间的一定量。

(2) 检出器: 热传导型检出器 (灵敏度 1 mV 和 2 mV)。

分离柱: 内径 3~6 mm, 长 3 m 以上的柱, 管内装入用 20~30% 癸二酸二辛酯 浸过的 149~350 μm 的气相色谱耐火砖土或气相色谱用硅藻土。

分离柱温度: 20~80°之间的一定温度。

载气及其流速: 氢或氮, 每分钟 30~60 ml 之间的一定量。

4. 酯价测定法

酯价为试料 1 g 中的酯, 皂化时所需用氢氧化钾 (KOH) 的毫克数。

第 1 法

除了另有规定以外, 测定皂化价和酸价, 其差即为酯价。

第 2 法

按照化妆品原料各条所规定的试料量, 精确称量后, 置于 200 ml 烧瓶中, 加乙醇 10 ml 和酚酞试液 3 滴, 用 0.1 N 氢氧化钾液中和。然后正确量取 25 ml 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液, 加入烧瓶中, 使用磨口塞的回流冷凝器, 在水浴上平稳地煮沸回流 1 小时。冷却后, 用 0.5 N 盐酸滴定过量的氢氧化钾 (指示剂: 酚酞试液 1 ml)。

用同样的方法进行空白试验。

$$\text{酯价} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{试料的量 (g)}}$$

a: 空白试验时 0.5 N 盐酸消耗量 (ml);

b: 用试料时 0.5 N 盐酸消耗量 (ml)。

5. 氯化物试验法

氯化物试验法, 是测定试料中混入的氯化物含量, 是否在允许限度之内的试验方法。通常其限度, 以氯化物 (以 Cl 计) 的重量百分率 (%) 表示。

操作法

除了另有规定以外, 按化妆品原料各条所规定的试料的量, 加入纳氏管中, 加水 30 ml 使溶解, 然后加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml, 作试验溶液。另外, 按照化妆品原料各条所规定的 0.01 N 盐酸量, 加入纳氏管中, 加稀硝酸 6 ml 和水至 50 ml, 作为比较液。

此时, 若发现试验溶液不透明, 则两液在同样条件下进行过滤。将两液各加硝酸银试液 1 ml, 强烈振荡混合, 避免直射日光。放置 5 分钟以后, 用黑色背景, 观察纳氏管的上面和侧面, 试验溶液的混浊度应不深于比较液的混浊度。

操作注意事项

此试验和试验溶液调制用的试药和试液, 在空白试验液调制时不产生混浊, 或几乎没有混浊的, 才可使用。

6. 气相色谱法

气相色谱法，是在以适当固定相制备过的分离柱内，用移动相气体(载气)，将混合物以气体状态展开，使各种成分进行分离的方法。适用于气体，液体或固体试料的确认、纯度试验或定量。采用适当粒度的吸着性担体作为固定相时的方法，叫做气-固色谱法。用液相被覆适当粒度的惰性担体或毛细管内壁的方法，叫做气-液色谱法。

装置

装置通常由载气送入部、试料送入部、装于恒温槽内的分离柱，检出器和记录仪等所组成。

操作

除了另有规定以外，按照下列方法进行操作。将装置事先调整好后，按化妆品原料各条所规定的条件，定出分离柱、检出器温度和载气流量，然后按各条所规定的进样量，用气相色谱专用的微量注射器把试验溶液或标准溶液送入试料送入部。分离后的成分由检出器检出，用记录仪描出气相色谱图。成分在气相色谱图上的位置，显示了保留时间(保留时间为从试料注入至成分峰出现为止的时间)或保持容量(保留时间 \times 载气流量)。这些都是在一定条件下物质所显示的特有的值，据此可以确认试料成分。此外，还可根据色谱图上的成分峰面积或峰的高度等，进行试料成分的定量。定量通常有以下各种方法。

第1法 内标法

对于各条中所规定的内标物质，在各个阶段加入标准被检成分的已知量，调制标准溶液，每次注入其一定量。从色谱图纵轴，得到标准被检成分峰的面积或峰高，与内标物质峰的面积或峰高的比。从横轴，得到标准被检成分量与内标物质量之比或标准被检成分量，作出检量线。然后，根据各条所规定的方法，调制试验溶液。但是，试验溶液的调制，必须预先加入与调制标准溶液时同样量的内部标准物质然后按作出检量线时的同一条件得出色谱图，从色谱图，求出被检成分的峰面积或峰高，与内标物质的峰面积或峰高之比。从检出线求出被检成分量。但是，作为内标物质，其峰的位置必须与被检成分的峰的位置互相接近，要使用稳定的物质，使被检成分以外的峰完全分离。

第2法 绝对检量线法

分阶段取标准被检成分，调制标准溶液，每次注入其一定量。从色谱纵轴取标准被检成分的峰面积或峰高，在横轴取标准被检成分量，作出检量线。然后，按各条所规定的方法，调制试验溶液。按作出检量线时的同一条件，描出色谱，从检量线，求出被检成分量。这种方法，必须在全部测定操作时，严格保持一定才行。

第3法 面积百分率法

以气相色谱所得各成分的峰面积总和为100，以此对照各成分峰的面积，从面积比求出组成比。但是，为了得到正确的定量值，必需对基于检出器感度的各成分的峰面积进行修正。

第4法 峰值测定法

通常峰值测定采用下面的方法：

从峰的顶点至底线引垂线，并将峰顶和峰的两麓作连接线，并测定交点至顶点的长

(i) 半值幅法 将峰高中点处的峰幅, 乘以峰的高度。

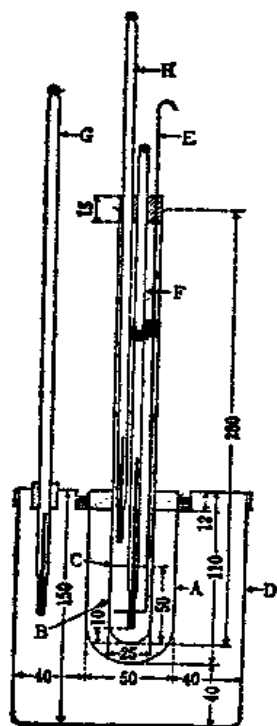
(ii) 面积仪法 用面积仪测定面积。

干燥减量试验法，是将试料按各条所规定的条件干燥，测定其减量。例如，根据各条规定 0.5% 以下 (0.5 g, 减压, 五氧化二磷, 4 小时), 则取试料 0.5 g 精密称量, 用五氧化二磷为干燥剂, 置于干燥器中在减压下干燥 4 小时, 其减量为试料采取量的 0.5% 以下。

按各条规定方法，将称量瓶干燥 30 分钟，精确称重。按各条规定量在 $\pm 10\%$ 范围内称取试料。除另有规定外，试料层厚度在 5 mm 以下铺展，并精确称量。将它放入干燥器，称量瓶盖置于旁边进行干燥。如试料为大结晶或块状，则快速粉碎至 2 mm 以下。干燥后将称量瓶的盖子盖上，从干燥器中取出精确称量。如果试料加热，则在干燥器（硅胶）中放冷后，称其重量。若试料在比干燥温度低的温度溶解，则在比溶解温度低 $5\sim 10^\circ$ 的温度下干燥 1~2 小时后，再在规定温度 and 规定时间干燥至恒重。所用干燥剂，则按各条的规定使用，在使用时加入。

凝固点测定，除另有规定以外，用如下方法测定。

装置 如图所示。



- A: 玻璃制空气外套 (内外两壁涂上防蚀硅油)
- B: 试料容器 (为硬质玻璃制试验管, 除了与试料接触部分外, 在管的两壁涂上防蚀硅油。插入 A 中, 并用软木塞固定。)
- C: 标线
- D: 玻璃制浴
- E: 玻璃制搅拌棒 (径 3 mm, 下端有外径 18 mm 的轮状物)
- F: 温度计 4 号、5 号或 6 号
- G: 温度计 1 号
- H: 辅助温度计, 用温度计 1 号, 其水银球和试料上部接触, 并能伸入 F 的指示温度 (凝固点) 的中央部位

操作

将试料加到试料容器 B 的标线 C 为止。但是若试料为固体，则加温至比预想凝固点不要高出 20°，熔解后放入 B 中。在玻璃制浴 D 中，加入比预想凝固点低 5°的水。试料若在常温下为液体，则 D 中的水，比预想凝固点低 10~15°。

试料放入后的 B 中，插入温度计 F，辅助温度计 H 和玻璃制搅拌棒 E，然后将 B 放入玻璃制空气外套 A 中。当试料温度比预想凝固点高 5°冷却时，将 E 上下缓缓搅动每分钟约 20 次，每隔 30 秒读取温度一次。若凝固开始，即停止搅拌，至少连续取 4 次读数，差别在 0.2 以内。以 F 的读数为 t° ，此时 H 的读数为 t'° ，凝固点 T 按下式计算后，取其平均值作为凝固点。

若遇过冷状态，则擦 B 的内壁，用 E 擦内壁可促进凝固。若凝固开始，即停止搅拌，每隔 10 秒读取温度，在一分钟内保持一定的 F 的示度为 t° ，H 的示度为 t'° ，凝固点 T 按照以下公式计算。

$$T = t + 0.00015(t - t')(t - t'')$$

t'' ：为 t° 读好后试料上面的 F 度数，若此点 F 没有刻度则用外插法求之。

9. 灼烧减量试验法

灼烧减量试验法，是将试料按各条所规定的条件灼烧，测定其减量的试验方法。这种方法通常用于灼烧以后试料本质不发生变化的无机物。例如，据各条中规定的 5.0% 以下 (1g, 500°恒量)，表示取试料约 1g 精密称量后，在 500°灼烧至恒量为止，其减量为试料采取量的 5.0% 以下。

操作

除另有规定以外，使用铂制、石英制或瓷制坩埚或器皿，灼烧至恒量为止，在干燥器（硅胶）中放冷后，精确称重。根据各条规定的试料用量在差异±10%范围内精密称量，然后按规定的时间灼烧至恒量为止，放入干燥器（硅胶）中放冷后，精密称重。

10. 灼烧残留分试验法

灼烧残留分试验法，是将试料用下列方法强热后，测定其残留物的方法。通常是测定有机物中的不纯物为了要知道其所含无机物的含量而进行的，有时也为了要测定有机物构成成分中所含的无机物，或挥发性无机物中含有的不纯物的量而进行测定。

例如，在各条中规定的 0.10% 以下（第 1 法，1g），表示要精确试料约 1g，按第 1 法的操作法进行强热时，其残留分为试料采取量的 0.10% 以下。

试料的采取

除另有规定的以外，用铂制、石英制或瓷制坩埚灼烧至恒量，置干燥器（硅胶）中放冷后，精密称重。试料称取时按规定量在差异±10%范围内精密称重，然后按如下方法操作。此外，采取干燥后的试样时，按干燥减量项的条件取干燥试料。

第 1 法

将试料用少量硫酸润湿，慢慢加热尽可能在较低温度下灰化或挥发后，再用硫酸润湿，使完全灰化，灼烧（450~550°）至恒量为止，在干燥器（硅胶）中放冷后，精密

称重。

第2法

将试料慢慢加热，尽可能在较低温度下灰化或挥发后，用硫酸润湿，使完全灰化后灼烧至恒重为止，然后放入干燥器（硅胶）中放冷，精密称重。

第3法

开始时将试料在较低温度下加热，慢慢达到赤热（800~1200°）使完全灰化，放入干燥器（硅胶）中放冷后，精密称重。若此方法仍有炭化物残留，则加热水浸出，用定量分析滤纸过滤，将残留物和滤纸一起加热至赤热灰化，然后加滤液，蒸发至干涸，注意赤热至没有炭化物存在为止，将它放入干燥器（硅胶）中放冷，精密称重。使用此方法若有炭化物残留，加15 ml 乙醇，用玻璃棒将炭化物捣碎，将乙醇烧掉，再加热至赤热，和上面同样操作后精密称重。

11. 折光指数测定法

物质的折光率，是真空中光的速度和物质中光的速度之比，等于光对物质的入射角正弦和折射角正弦之比。一般，折光指数随光的波长和温度而变。

折光指数 n_D^t ，为在温度 t° ，使用的光线为钠光谱中的 D 线对测定时的空气的折光率。

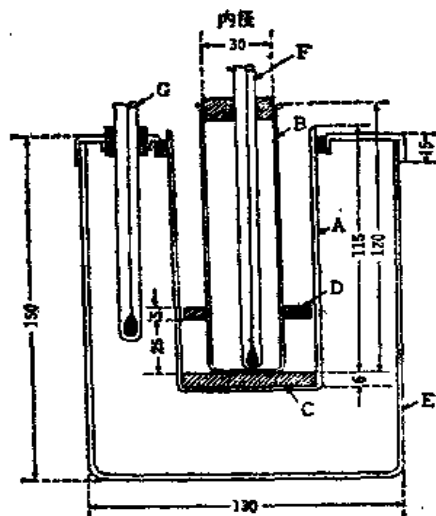
操作法

折光指数的测定、除另有规定以外，使用阿贝折射计，在各条规定温度的 $\pm 0.2^\circ$ 以内进行测定。

12. 浊点测定法

浊点测定，除另有规定以外，按下法进行测定。

装置 装置如图所示。



(数字为mm)

- A: 空气外套（玻璃或金属制，平底圆筒形内径比试料容器的外径大 9.5~12.5 mm）
- B: 试料容器（平底圆筒形硬质玻璃容器）
- C: 圆板（软木或粘制厚 6 mm，直径与空气外套的内壁接触）
- D: 环状垫圈（厚度 5 mm，其内周与空气外套 A 的内壁轻轻接触，用软木或粘制作）
- E: 冷却浴（玻璃或适当材料制）
- F: 温度计 低流动点用温度计
- G: 温度计 低流动点用或高流动点用温度计

操作

试料事先用无水硫酸钠脱水后过滤,加热至 120° 后,倒入试料容器 B 至 51~57 mm 高度,将温度计 F 插入 B 的中央,使水银球和 B 的底部接触。注意将试料保持在较预想温度高 14° 以上的温度下,在 B 的底下,放圆板 C,将冷却浴放入冷冻剂,保持冷却浴温度 $0\sim 3^{\circ}$,在空气外套 A 中放进 B, A 在 E 内露出冷冻剂不要超过 25 mm 以上,可用冷冻剂的量进行调节。

当试料的温度每下降 1° ,不要使试料振动而快速取出 B,看试料是否产生混浊,然后将 B 返回 A 中(这种操作必须在 3 秒以内完成)。

当试料温度下降至 10° 而还未产生混浊时,就将 B 移至第 2 冷却浴的空气外套中,此空气冷却浴保持在 $-17\sim -15^{\circ}$,而待试料冷却至 -7° 还没有产生混浊时,则移至第 3 冷却浴的空气外套中,保持在 $-35\sim -33^{\circ}$,再继续进行测定。

即使试料容器 B 的底部仅出现一点点混浊,即读取此时的温度计,作为浊点。

13. 皂化价测定法

皂化价为用于试料 1 g 中的酯的皂化和游离酸中和所需氢氧化钾 (KOH) 的毫克数。

操作

除另有规定以外,精确称取试料 1~2 g,放入 200 ml 烧瓶中,正确加入 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液 25 ml,装上磨口塞回流冷却器或长 750 mm,内径 6 mm 的空气冷却器在水浴上屡屡摇动加热 1 小时,冷却后,用 0.5 N 盐酸滴定过量的氢氧化钾(指示剂:酚酞试液 1 ml)。

用同样的方法进行空白试验。

$$\text{皂化价} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{试料重量(g)}}$$

a: 空白试验时 0.5 N 盐酸的消耗量 (ml);

b: 用试料时 0.5 N 盐酸的消耗量 (ml)。

14. 香料试验法

(1) 卤素试验法

用宽 15 mm、长 50 mm、网眼约 1 mm 的铜网,其顶端绕上铜线,将此铜线在喷灯无色火焰中烧至火焰没有绿色为止,放冷,然后反复这样操作数次。冷却后,在此铜网上涂上试料 2 滴后燃烧,反复 3 次进行这个操作后,调节火焰至约 40 mm 高,将此铜网在无色火焰的外端烧灼时,火焰不呈现绿色。

(2) 酯的含量测定法

适于采用酯价测定法第 2 法

$$\begin{aligned}\text{酯的含量(\%)} &= \frac{\text{酯的分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{试料重量(g)} \times 1000 \times c} \times 100 \\ &= \frac{\text{酯价} \times \text{酯的分子量}}{561.1 \times c}\end{aligned}$$

a: 空白试验所消耗的 0.5 N 盐酸量(ml);

b: 用试料时 0.5 N 盐酸消耗量(ml);

c: 酯基数。

(3) 酚类含量测定法

酚类含量, 为试料中所含的氢氧化碱的可溶物含量 (V/V%), 除另有规定者以外, 用下法测定。

操作

将试料 10 ml 正确量取置于 150 ml 的卡氏量瓶中, 将 1 N 氢氧化钾液 7 ml 在很好摇和下分 3 次加入, 每加一次摇 5 分钟。然后放置 30 分钟后, 再慢慢加 1 N 氢氧化钾液使油分上升至卡氏量瓶的刻度部位, 放置 1 小时以后, 量取分出的油分量。

$$\text{酚类含量 (V/V\%)} = 10 \times [10 - \text{油分的量(ml)}]$$

(4) 醇类含量和总醇含量测定法

醇类含量为试料中存在的游离状态的醇类含量。总醇类含量为试料中游离状态和酯状态存在的醇类含量。它们的测定方法, 除另有规定外, 采用下面的方法。

第 1 法

在 100 ml 烧瓶中正确量入试料 10 ml, 加入醋酐 10 ml 和新加热溶解的无水醋酸钠 1 g, 装上磨口塞空气冷却器, 在砂浴上平静地加热 1 小时煮沸, 然后放置 15 分钟, 加水 50 ml, 不时振荡混合和并在水浴上加热 15 分钟冷却后, 将内容物倒入分液漏斗中, 分离出水层, 其油层用水洗涤 1 次后, 再用碳酸钠试液作为洗液洗至呈碱性为止, 然后再用氯化钠试液作为洗液洗至中性为止, 然后移至干燥容器中, 加无水硫酸钠 2 g 很好搅拌混合, 放置 30 分钟后过滤。这样得到的乙酰化油, 精确称取规定量, 采用酯价测定法中的第 2 法进行酯价的测定, 以其值作为乙酰价

$$\text{乙酰价} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{乙酰化油的量(g)}}$$

$$\begin{aligned} \text{醇类含量(\%)} &= \frac{\text{醇的分子量} \times (a - b) \times 0.5}{[\text{乙酰化油的量(g)} - 0.021020(a - b)] \times 1000} \times 100 \\ &= \frac{\text{乙酰价} \times \text{醇的分子量}}{561.1 - (0.4204 \times \text{乙酰价})} \end{aligned}$$

a: 空白试验 0.5 N 盐酸的消耗量 (ml);

b: 用试料时 0.5 N 盐酸消耗量 (ml)。

第 2 法

取试料 10 ml, 按第 1 法同样操作, 另外取试料 10 ml, 用酯价测定法第 2 法测定试料的酯价。

$$\begin{aligned} \text{总醇类含量(\%)} &= \frac{\text{醇的分子量} \times (a - b) \times 0.5}{[\text{乙酰化油的量(g)} - 0.021020(a - b)] \times 1000} \\ &\quad \times \left[1 - \frac{42.04 \times c}{100 \times (\text{醇的分子量} + 42.04)} \right] \times 100 \\ \text{醇类含量(\%)} &= \text{总醇类含量(\%)} - \frac{\text{试料的酯价} \times \text{醇的分子量}}{561.1} \end{aligned}$$

- a : 空白试验 0.5 N 盐酸消耗量 (ml);
 b : 用试料时 0.5 N 盐酸消耗量 (ml);
 c : 试料中的酯按醋酸酯计算时的含量 (%)。

(5) 醛类和酮类含量测定法

(i) 亚硫酸氢钠法

除另有规定外, 正确量取试料 10 ml 置于 150 ml 卡氏量瓶中, 加入亚硫酸氢钠试液 75 ml, 很好摇荡混合, 将量瓶浸入水浴中, 加热和时时摇荡, 使块状物质完全消失为止。然后加入亚硫酸氢钠试液 25 ml 摇荡, 在水浴中静置 10 分钟, 再慢慢加入亚硫酸氢钠试液使油分上升至卡氏量瓶的刻度部位, 放置 1 小时以后, 测分出油分的量。

$$\text{醛类和酮类的含量 (V/V\%)} = 10 \times [10 - \text{油分的量 (ml)}]$$

(ii) 亚硫酸钠法

除另有规定外, 正确量取试料 10 ml 置于 150 ml 卡氏量瓶中, 加入新制备的中和亚硫酸钠试液 75 ml, 很好摇和。将量瓶浸于水浴中边加热边摇和, 游离出碱时用醋酸中和, 加酚酞试剂 3 滴, 滴至红色~淡红色消失为止。然后将瓶放入水浴中静置 15 分钟, 慢慢加入中和亚硫酸钠试液, 到油分上升至卡氏瓶中的刻度部位, 放置 1 小时后, 测分出油分的量。

$$\text{醛类和酮类的含量 (V/V\%)} = 10 \times [10 - \text{油分的量 (ml)}]$$

(iii) 羟胺法

第 1 法

根据各条规定, 精确称取试料的重量, 加入盐酸羟胺-溴酚蓝试液 50 ml。很好摇和后, 按规定时间放置, 然后装上回流冷却器放在水浴上按规定时间平稳地煮沸回流, 直接冷却至室温, 然后, 将游离出来的酸用 0.5 N 氢氧化钠-乙醇液滴定, 液体颜色由黄色变为绿黄色或液体的 pH 为 3.4 时作为滴定的终点。用同样的方法进行空白试验以作修正。

$$\text{醛类或酮类的含量 (\%)} = \frac{\text{醛或酮的分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{试料重量 (g)} \times 1000} \times 100$$

- a : 用试料时 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液的消耗量 (ml);
 b : 空白试验 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液的消耗量 (ml)。

第 2 法

根据各条规定, 精确称量试料重量, 正确加入 75 ml 羟胺-溴酚蓝试液, 很好摇和后, 按规定时间放置后, 装上回流冷却器置水浴上按规定时间平静地煮沸回流, 直接冷却至室温, 然后将过量的羟胺用 0.5 N 盐酸滴定。液体的颜色由紫色转变为绿黄色或液体的 pH 为 3.4 时, 作为滴定的终点。用同样的方法进行空白试验。

$$\text{醛类或酮类的含量 (\%)} = \frac{\text{醛或酮的分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{试料重量 (g)} \times 1000} \times 100$$

- a : 空白试验 0.5 N 盐酸的消耗量 (ml);
 b : 用试料时 0.5 N 盐酸的消耗量 (ml)。

15. 酸价测定法

酸价为中和试料 1 g 所需氢氧化钾 (KOH) 的毫克数。

第 1 法

除另有规定以外，按各条规定，精确称取试料重量，放入 250 ml 烧瓶中，加入 50 ml 乙醇或乙醇和乙醚的等容混合液，加温使试料溶解，在不断摇动下，用 0.1 N 氢氧化钾液滴定（指示剂：酚酞试液 1 ml）。滴定的终点，以溶液保持淡红色 30 秒作为终点。用同样方法作空白试验进行修正。

$$\text{酸价} = \frac{0.1 \text{ N 氢氧化钾液的消耗量 (ml)} \times 5.611}{\text{试料重量 (g)}}$$

第 2 法

除另有规定以外，按各条规定精确称取试料，置于 250 ml 烧瓶中，加入 50 ml 乙醇或乙醇和乙醚的等容混合液，加温使试料溶解，在不断摇动下，用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液滴定（指示剂：酚酞试液 3 滴）。滴定的终点，需保持液体淡红色持续 30 秒钟作为终点。用同样方法作空白试验进行修正。

$$\text{酸价} = \frac{0.1 \text{ N 氢氧化钾-乙醇液的消耗量 (ml)} \times 5.611}{\text{试料重量 (g)}}$$

16. 酸可溶物试验法

酸可溶物试验法为测定试料中稀盐酸可溶物含量的测定方法。

操作

除另有规定以外，精确称量试料约 1 g，加稀盐酸 20 ml，在不断搅拌下在 50°加温 15 分钟，加水至准确达 50 ml，过滤，弃去最初的滤液 15 ml，然后准确量取滤液 25 ml，置水浴上蒸发干涸，灼烧至恒重，放入干燥器中冷却后，精确称重。

17. 氧烧瓶燃烧法

氧烧瓶燃烧法，是将含有氯、溴、碘、氟或硫等的有机物，置于充满氧的烧瓶中燃烧分解，然后对其中含有的卤素和硫进行确认或定量。

装置 如下页图所示。

操作

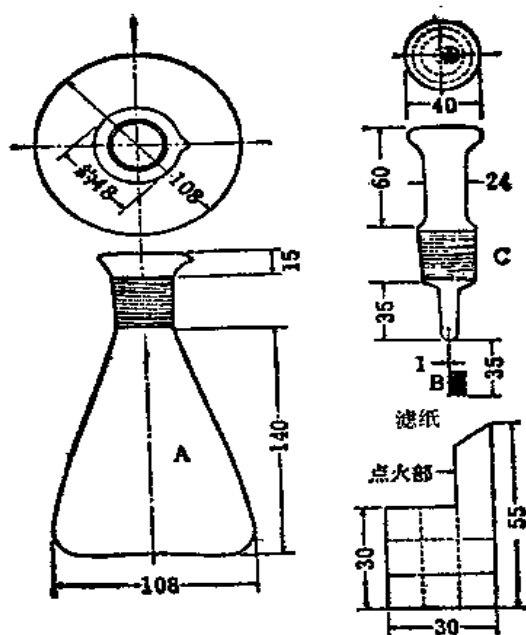
除了另有规定以外，采用如下方法：

(1) 试料采取方法

试料为固体时 按照各条规定的量，精确称取试料，置于如图所示的滤纸中央部，注意勿外溢，沿折线包好，放入铂制笼或铂网筒 B 中在点火部向外伸出。

试料为液体时 事先准备好适量的脱脂棉，按各条规定的试料量加到脱脂棉中，使用纵 50 mm，横 5 mm 的滤纸，其前端约留出 20 mm（点火部）将脱脂棉包好，放入 B 中。

(2) 燃烧法



- A: 容量 500 ml, 无色, 壁厚 (约 2 mm) 的硬质玻璃制烧瓶, 在瓶口上部有碘状物。但在氟的定量时, 要使用石英制的烧瓶。
- B: 铂制的笼或铂网筒 (用铂丝将它吊于塞子 C 的下端)
- C: 硬质玻璃制的通用塞, 但是, 在定量氟时, 使用石英制的塞子。
- (数字表示 mm) (……为折线)

按各条规定, 准备好吸收液, 放入烧瓶 A 中, A 内事先用氧充满, 将塞子 C 的磨口塞润湿后, 在点火部点火, 立即放入 A 中燃烧, 保持气密直至完全燃烧完毕, 然后不断摇荡直至 A 内白烟完全消失, 放置 15~30 分钟。在 A 的上部倒入少量的水, 小心将 C 取下, 用甲醇 15 ml 洗 C、B 和 A 的内壁, 洗入 A 瓶中, 得到的液体作为试验溶液。另外不用试料, 进行同样的操作, 调制空白试验溶液。

(3) 定量法

除了各条另有规定以外, 采用如下方法定量。

第 1 法 (氯或溴定量)

在试验溶液中, 加溴酚蓝试液 1 滴, 滴加稀硝酸至溶液颜色变为黄色为止, 然后加稀硝酸到 0.5 ml, 甲醇 100 ml 和二苯卡巴脲 (Diphenyl carbazone) 试液 1 ml。在搅拌混合下, 用 0.01 N 醋酸汞液进行滴定, 滴定的终点, 为溶液颜色由黄色转变为红紫色, 即为终点。用同样的方法进行空白试验, 以作修正。

$$0.01 \text{ N 醋酸汞液 } 1 \text{ ml} = 0.35453 \text{ mg Cl}$$

$$0.01 \text{ N 醋酸汞液 } 1 \text{ ml} = 0.7790 \text{ mg Br}$$

第 2 法 (碘定量)

试验溶液中加入水合肼溶液 (1→5) 1 滴, 用塞塞好, 振荡混合使脱色, 在其中加入溴酚蓝试液 1 滴, 滴加稀硝酸至溶液颜色变为黄色, 然后加 0.5 ml 稀硝酸, 甲醇 100 ml 和二苯卡巴脲试液 1 ml, 在搅拌混合下, 用 0.01 N 醋酸汞液滴定, 滴定终点为溶液的颜色由黄色变红紫色为终点。用同样方法进行空白试验, 以作修正。

$$0.01 \text{ N 醋酸汞 } 1 \text{ ml} = 1.2690 \text{ mg I}$$

第 3 法 (氟定量)

将试验溶液和空白溶液分别移至 50 ml 容量瓶中, 用水洗涤烧瓶 A, 将洗液和水加到容量瓶中至 50 ml, 作为稀释的试验溶液和空白试验溶液。

取相当于含氟约 0.03 mg 的稀释试验溶液 (V ml), 稀释空白试验溶液 (V ml) 和氧烧瓶燃烧法用氟标准液 (以下略称氟标准液) 5 ml, 分别放入 50 ml 的容量瓶中, 分别加入茜素配位酮 (Alizarin Complexon) 试液, pH 4.3 的醋酸-醋酸钾缓冲液和硝酸铈试液的混合液 (1:1:1) 30 ml, 加水至 50 ml, 放置 1 小时, 然后, 用波长在 600 nm 附近的吸收极大波长; 测定稀释试验溶液、稀释空白试验溶液和氟标准液所得呈色液的消光度 A_r 、 A_b 和 A_s , 对照液用水 5 ml 代替氟标准液, 用同样操作所得的液体作对照液。

$$\text{试验溶液中氟的含量 (mg)} = \text{标准液 5 ml 中氟 (F) 的量 (mg)} \times \frac{A_r - A_b}{A_s} \times \frac{50}{V}$$

第 4 法 (确定量)

在试验溶液中加入甲醇 40 ml, 正确量取 25 ml 0.01 N 过氯酸钡加入溶液中, 放置 10 分钟以后, 加入偶氮胂 III (Arsenazo III) 试液 0.15 ml, 用 0.01 N 硫酸滴定。滴定的终点, 为溶液从红紫色变为红色的变化点。

用同样方法进行空白试验。

$$0.01 \text{ N 过氯酸钡液 } 1 \text{ ml} = 0.16031 \text{ mgS}$$

18. 酸不溶物试验法

酸不溶物试验法, 就是测定试料中不溶于盐酸的物质的量的方法。

操作

除了另有规定以外, 按照各条所规定的试料的量, 精确称重, 加入水约 70 ml, 在搅拌混合下, 分次加入少量盐酸共 10 ml, 加热 5 分钟。冷却后, 用定量分析滤纸过滤。滤纸上的残留物用热水洗涤, 洗至洗液用硝酸银试液没有氯化物反应为止, 然后将残留物和滤纸一起灼烧灰化, 达到恒重为止, 放入干燥器 (硅胶) 中放冷后, 精密称重。

19. 重金属试验法

重金属试验法, 为测定化妆品原料中混入的重金属是否在许可限度以内的试验方法。这种重金属, 在酸性状态是和硫化钠试液产生呈色反应的金属性物质。它的限度, 是以铅 (Pb) 的重量百万分率 (ppm) 表示。

第 1 法

除另有规定以外, 按各条所规定的试料的量, 放于纳氏管中, 加适量的水溶解, 加到 40 ml, 在其中, 加入 2 ml 稀醋酸和水, 配成 50 ml 作为试验溶液。

比较液的配制, 根据各条所规定的量, 配制铅的标准液, 置于纳氏管中, 加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml。

在试验溶液和比较液中, 分别添加硫化钠试液, 各加 1 滴摇荡混合, 放置 5 分钟后, 两管用白色背景, 在上方和侧面, 观察溶液的颜色进行比较。

试验溶液的呈色, 不得深于比较液的呈色。

第 2 法

除另有规定以外，根据各条所规定的试料量，取于石英制或瓷制坩埚中称量，轻轻盖上盖子，轻度加热使之灰化，冷却后，加硝酸 2 ml 和硫酸 5 滴，小心加热待白烟停止发生为止，然后在 450~500° 灼烧灰化，冷却后加盐酸 2 ml，在水浴上蒸发至干涸，残留物加 3 滴盐酸润湿，加热水 10 ml，加热 2 分钟。然后加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液至呈微红色，加稀醋酸 2 ml，必要时进行过滤，用水 10 ml 洗涤，将滤液和洗液置于纳氏管中，加入至 50 ml，作为试验溶液。

比较液中，加硝酸 2 ml、硫酸 5 滴和盐酸 2 ml，在水浴上蒸发，然后在砂浴上蒸发干涸，残留物用盐酸 3 滴润湿，以后按试验溶液的调制法同样操作，根据各条规定量的铅，制备标准液，用水加至 50 ml。

将试验溶液和比较液，各加硫化钠试液 1 滴，加后混合，放置 5 分钟后，用白色背景，对两管进行比色，观察两管的上方和侧面。试验溶液的呈色，不得深于比较液的呈色。

第 3 法

除了另有规定以外，根据各条所规定的试料量，取于石英制或瓷制坩埚中称量，开始时注意轻度加热，然后灼烧灰化。冷后，加王水 1 ml，在水浴上蒸发干涸，残留物加盐酸 3 滴润湿，加热水 10 ml 加温 2 分钟，然后加酚酞试液 1 滴，滴加氨水试液至液体呈微红色，加稀醋酸 2 ml，在必要时过滤，用水 10 ml 洗涤，将滤液和洗液置于纳氏管中，加水至 50 ml，作为试验溶液。

比较液中，加王水 1 ml 在水浴上蒸发干涸，以后按试验溶液的调制法同样操作，根据各条规定量的铅，制备标准液，用水加至 50 ml。

将试验溶液和比较液，各加硫化钠试液 1 滴，混合后放置 5 分钟，两管用白色背景进行比色，对液体的上方和侧面观察。试验溶液的呈色，不得深于比较液的呈色。

第 4 法

除另有规定以外，根据各条规定调制的试验溶液，置于纳氏管中，另外，根据规定的含铅量，制备标准液，置于纳氏管中，除了试料以外，铅标准液的配制，与试验溶液同样处理，再加稀醋酸 2 ml 和水配成 50 ml，作为比较液。两液各加硫化钠试液 1 滴，摇和后放置 5 分钟，用白色背景比色，在纳氏管上方和侧面观察，试验溶液的呈色，不得深于比较液。

20. 蒸发残留物试验法

蒸发残留物试验法，是将试料在水浴上蒸发干涸，测定试料中的不挥发性物质的重量。

操作

除了另有规定以外，根据各条规定，在重量已知的蒸发皿中，精确称取试料的重量，置水浴上蒸发干涸，然后再将残留物在 105~110° 干燥至恒重，放入干燥器（硅胶）中放冷后，精确称重。

21. 羟价测定法

羟价是用试料 1 g, 在如下条件下进行乙酰化时, 和羟基结合的醋酸, 用氢氧化钾中和所需的毫克数, 作为羟价。

操作

除了另有规定的以外, 精确称取试料约 1 g, 置于长颈圆底烧瓶中, 正确量取 5 ml 醋酐-吡啶试液, 加于瓶中, 装上磨口塞空气冷却器, 浸于油浴中, 在 95~100°加热 1 小时进行乙酰化反应。冷却后, 在空气冷却器上方加水 1 ml, 摇动混合, 再在油浴上加热 10 分钟, 冷却后, 用中和乙醇 5 ml 洗涤空气冷却器和烧瓶颈部的附着物。在不断摇动混合下, 用 0.1 N 或 0.5 N 氢氧化钾-乙醇液滴定 (指示剂: 酚酞试液 1 ml)。

用同样方法进行空白试验。

$$\text{羟价} = \frac{(a - b)N \times 56.11}{\text{试料重量}(g)} + c$$

a : 空白试验氢氧化钾-乙醇液的消耗量 (ml);

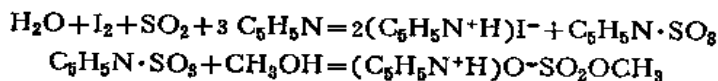
b : 用试料时氢氧化钾-乙醇液的消耗量 (ml);

c : 酸价;

N : 氢氧化钾-乙醇液的当量浓度。

22. 水分定量法 (Karl Fischer 法)

水分定量法(卡尔·费休法), 是在甲醇和吡啶存在下, 利用水和碘及二氧化硫的定量反应, 将水分测定。其反应式如下:



装置

通常使用自动滴定管 2 支, 滴定烧瓶 (250 ml), 搅拌混合器和固定电压电流的滴定装置。

Karl Fischer 试液的吸湿性很强, 因此在装置外部需有防止吸湿的措施, 防湿常用硅胶或无水氯化钙。

最近, Karl Fischer 水分滴定法还采用电量滴定法开发了数字微量水分测定装置。

操作

原则上, 用 Karl Fischer 试液进行水分滴定时, 必须与试液标定时相同的温度下进行滴定。

求滴定终点时, 通常按照如下的电气方法 (死停终点法, Dead-stop end-point method) 进行。

在被滴定液中浸入 2 枚铂电极, 用可变电阻器调节至一定的电流 (5~10 微安培)。滴加 Karl Fischer 试液, 随着滴定的进行, 微安培指针发生大的振动, 数秒后回复至原来位置。滴定的终点, 是微安培计指针摆动 (50~150 微安培) 能持续 30 秒之点为终点。但是, 逆滴定时, 由于有过量 Karl Fischer 试液的存在, 微安培计的指针被甩

开，在达到终点时立即恢复至原来位置。此时可用电眼（Magic eye）装置代替微安培计。

在试料还未着色时，可用视觉法求取终点，此时，滴定的终点，是被滴定液由带褐的黄色转变为红褐色，作为终点。

Karl Fischer 试液滴定法，有以下两种方法，但电气方法通常采用反滴定法为好。

(1) 直接滴定法

将 Karl Fischer 用甲醇 25 ml 置于干燥滴定烧瓶中，加入 Karl Fischer 试液至终点。然后精确称量含水分 10~50 mg 的试料，快速放入滴定烧瓶中，在强烈振荡混合下，用 Karl Fischer 试液滴定至终点。

$$\text{水(H}_2\text{O)} \% = \frac{\text{Karl Fischer 试液消耗量(ml)} \times f}{\text{试料重量(mg)}} \times 100$$

(2) 反滴定法

取 Karl Fischer 用甲醇 25 ml 置于干燥滴定烧瓶中，加过量的 Karl Fischer 试液，在强烈振荡混合下，加水-甲醇标准液至终点，然后，精确称量含水分 10~50 mg 的试料，快速加进滴定烧瓶中，加入一定量的过量 Karl Fischer 试液，在强烈振荡混合下，用水-甲醇标准液滴定至终点。

$$\text{水(H}_2\text{O)} = \frac{[\text{Karl Fischer 试液量(ml)}] - [\text{水-甲醇标准液量(ml)} \times f]}{\text{试料重量(mg)}} \times 100$$

23. 红外吸收光谱测定法

红外吸收光谱测定法是当红外线通过试样时被吸收的程度，对其各波数（波长）予以测定的一种方法。红外吸收光谱是用坐标图表示，取横轴为波数（波长），纵轴为通常透过率或为吸光度。红外吸收光谱由其物质化学结构而确定。因而在各种波数（波长）测定吸收，即可定性或定量物质。

装置及调整方法

用复光束式分光光度计。

预先调整分光光度计后，进行测定。特别是透过率的直线性在 20~80% 之间偏差为 1% 以内，透过率的重现性 2 次反复测定为 $\pm 0.5\%$ ，波长的重复性在波长为 3000 cm^{-1} 附近是 $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$ 以内，在 1000 cm^{-1} 是 $\pm 1 \text{ cm}^{-1}$ 以内。波长刻度通常用聚苯乙烯膜的 3060 cm^{-1} 、 1601 cm^{-1} 、 1029 cm^{-1} 和 907 cm^{-1} 等的吸收带补正。

试样的调整

试样在其主吸收带的透过率为 20~80% 的范围由以下任何一种方法调制。窗板使用氯化钠、溴化钾、溴化碘化铯等。

(1) 溴化钾片剂法 将 1~2 mg 固体试样用玛瑙质 槌研成粉末，并加入 100~200 mg 红外用溴化钾，注意不可吸潮，迅速充分搅匀后，放入片剂成形器里，于 5 mmHg 柱以下的负压在 5~8 分钟内，片剂每单位面积 (cm^2) 给予 5000~10000 kg 的压力制片，再行测定。

(2) 溶液法 用各种所规定的方法将调制好的试液溶液注入液体固定槽, 进行测定。在补偿光路一侧放置使用溶剂。固定槽的厚度通常为 0.1 mm 或 0.5 mm。

(3) 膏剂法 将固体试样用玛瑙质槌研成粉末, 加入流动石蜡等充分揉和, 防止空气混入的同时, 在 2 块窗板间插入处测定。

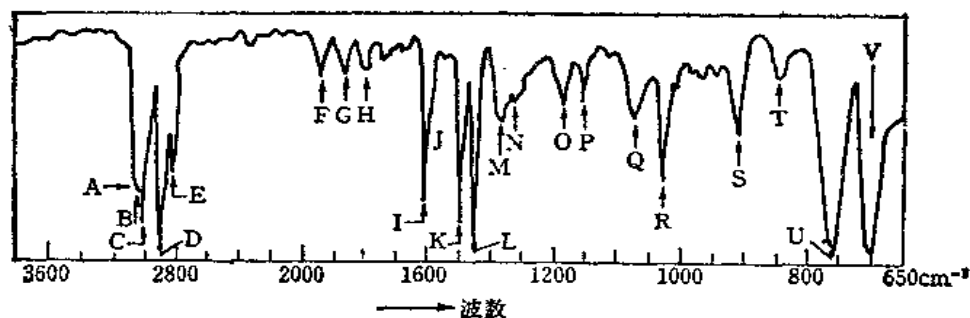
(4) 液膜法 将 1~2 滴液体试料夹在 2 块窗板间测定。需要增厚液层时, 将铝箔等隔在 2 块窗板间, 使液体试料积存于其中。

(5) 薄膜法 将试样直接成膜或由各种规定的方法制成薄膜后, 测定。

(6) 气体试样测定法 在已排了气的有 5 或 10 cm 长的气体槽中将试样以各种所规定的压力导入并测定。根据需要也可用有 1 m 以上光路的长光路槽。

分光光度计调整后, 进行测定。透过率的直线性 (当将试验信号给予检出器时能正确记录其比例, 有否成直线关系) 在透过率为 20~80% 之间, (1) 偏差为 1% 以内; (2) 透过率的重现性为 0.5% (重复 2 次); (3) 波数的重现性在波数 3000 cm^{-1} 附近时为 $\pm 5\text{ cm}^{-1}$ 以内, 1000 cm^{-1} 附近时为 $\pm 1\text{ cm}^{-1}$ 以内; (4) 波数刻度用 3060 cm^{-1} 、 1601 cm^{-1} 、 1029 cm^{-1} 和 907 cm^{-1} 等的吸收带校正。

过去用 3060 cm^{-1} 、 1603 cm^{-1} 、 1028 cm^{-1} 等的吸收带检测, 并具体记载这种装置和调整法, 还用 IUPA 表示被确定的吸收位置。



A	3082 cm^{-1}	G	1869 cm^{-1}	M	1328 cm^{-1}	R	1029 cm^{-1}
B	3060	H	1801	N	1312	S	907
C	3025	I	1601	O	1181	T	841
D	2923	J	1583	P	1154	U	757
E	2849	K	1493	Q	1069	V	699
F	1942	L	1452				

24. 旋光度测定法

旋光度为光学活性物质或其溶液用偏振面旋转的角度, 它与溶液的浓度和厚度成比例, 也受温度和波长的影响, 旋光的性质, 面对偏振光的进行方向, 使偏振面向右旋转的物质, 叫做右旋性物质; 向左旋转的叫左旋性物质。在旋光度的数值前面, 加上 + 或 - 的记号表示。

旋光度 $[\alpha]_D^t$ 为特定的单色光 X (记载波长或名称) 在温度 t° 测定时的旋光度, 它的

测定，除另有规定外，是在温度 20° ，层长 100 mm，光线为钠光谱的 D 线进行。

比旋光度 $[\alpha]_t^c$ 按下式计算其数值：

$$[\alpha]_t^c = \frac{100 \alpha}{lc}$$

t ：测定时的温度；

α ：所用光谱的特定单色光的波长或名称(用钠光谱的 D 线时，记作 D)；

α ：偏光面旋转的角度；

l ：试料的层长，即测定用的测定管长度 (mm)；

c ：试验溶液 1 ml 中存在的试料 g 数，试料如为液状时，可用其相对密度。

操作

除了另有规定以外，采用的光线为钠光谱的 D 线，在温度 20° ，用旋光计进行测定。

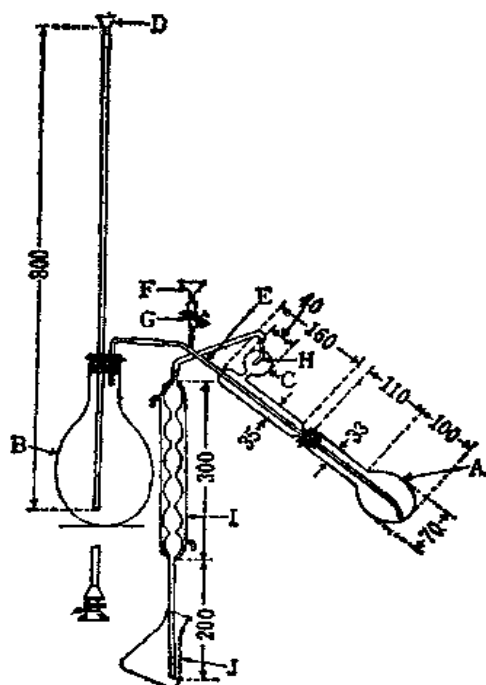
例如，根据各条： $[\alpha]_D^{20}$ ：+52.2~+52.5° (干燥后，10 g 氨水试液 0.2 ml 和水，100 ml，200 mm)，为将本品按干燥减量项中规定的操作进行干燥，约取其 10 g 精确称量后，加氨水试液 0.2 ml 和水溶解，正确配成 100 ml。取这种液体在层长 200 mm 的测定管中测定时， $[\alpha]_D^{20}$ ：为 +52.2~+52.5°。

25. 氮定量法

氮定量法，为将含氮有机物用硫酸分解成为硫酸铵，把这些氮进行定量的方法。

第 1 法

装置 使用图示的装置。连接部最好使用磨口，装置所用的橡皮，都要在氢氧化钠试液中煮沸 10 分钟以后，用水很好洗净后使用。



A: 凯氏定氮烧瓶

B: 为水蒸汽发生器，加入加有 2 滴或 3 滴硫酸的水，此外，为了避免突沸，加入沸石

C: 飞沫防止器

D: 加水用漏斗

E: 水蒸汽导入管

F: 碱溶液注入用漏斗

G: 附有弹簧夹的橡皮管

H: 小孔 (其直径差不多与管径相等)

I: 冷却器

J: 接受器

(数字为 mm 数)

操作

通常采取相当于含氮 (N ; 14.01) 2~3 mg 的试料, 精确称量, 或用移液管正确量取, 置于凯氏定氮烧瓶 A 中, 在其中, 加入粉碎的 (硫酸钾 10 g 和硫酸铜 1 g 的) 混合物 1 g, 将烧瓶上部附着的试料用少量水洗入, 再沿烧瓶内壁加硫酸 7 ml。将烧瓶摇动, 同时加入浓过氧化氢 1 ml, 分次少量沿内壁加入, 将烧瓶在石棉上加热, 至液体变为蓝色透明, 在烧瓶内壁看不到炭化物时, 停止加热, 如果有炭化物残留, 则将它冷却后, 补加少量的浓过氧化氢, 再度加热。冷却后, 小心加入水 20 ml 后冷却, 将水蒸汽导入管 E 事先用水蒸汽通入洗涤后, 再和烧瓶及蒸馏装置连接。接受器 J 中加入硼酸溶液 (1→25) 15 ml 和溴甲酚绿-甲基红试液 3 滴, 加适量的水, 将冷却器 I 的下端浸入此液体中, 从漏斗 F 处加入氢氧化钠溶液 (2→5) 30 ml, 再用水 10 ml 洗入, 立即关闭附有弹簧夹的橡皮管 G 的弹簧夹子, 通水蒸汽蒸馏, 直至蒸馏液收到 80~100 ml。蒸馏液在冷却器的下端液面放出, 附着物用少量水洗入, 用 0.01 N 硫酸滴定。

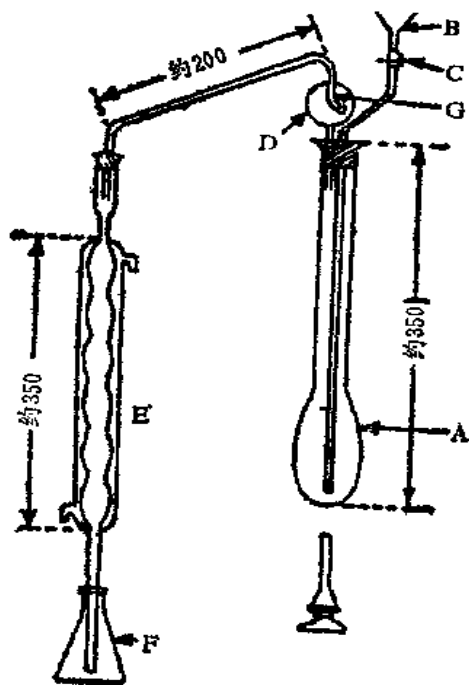
用同样方法进行空白试验, 进行修正。

$$0.01 \text{ N 硫酸 } 1 \text{ ml} = 0.14007 \text{ mgN}$$

第 2 法

装置

采用如图所示的装置, 连接部最好用磨口, 装置所用的橡皮, 都要在氢氧化钠试液中煮沸 10 分钟后, 用水很好洗净后使用。



- A: 凯氏定氮瓶 (容量约 300 ml)
 - B: 碱溶液注入用漏斗
 - C: 附有弹簧夹的橡皮管
 - D: 飞沫防止器
 - E: 冷却器
 - F: 接受器
 - G: 小孔 (直径差不多与管径相等)
- (数字为 mm 数)

操作

通常采取相当于含氮 (N ; 14.01) 20~30 mg 的试料, 精确称量, 或用移液管正确

量取，置于凯氏定氮烧瓶 A 中，在其中加入粉末硫酸钾 10 g 和硫酸铜 1 g 的混合物 5.5 g，将烧瓶上部附着的试料用少量水洗入，再沿烧瓶内壁加硫酸 20 ml。平静地加热至起泡差不多停止，然后加热达到沸腾，等液体颜色变为蓝色透明后，再加热 2 小时。冷却后，小心加入水 150 ml，冷却后，加进沸腾石，装配于装置中。

在受器 F 中加入 0.1 N 硫酸 25 ml 和水约 50 ml，将冷却器 E 的下端浸入此液。从漏斗 B 慢慢加入氢氧化钠溶液 (2→5) 85 ml，再用少量水洗入 A 中，立即关闭橡皮管 C 的弹簧夹，将烧瓶轻轻摇动使内容物混合后，平静地加热，沸腾开始后，加强加热，使约有 2/3 容量蒸馏出来，从冷却器下端液面排出，附着物用少量水洗入。烧瓶中液体中的过量的酸，用 0.1 N 氢氧化钠液滴定 (指示剂：溴甲酚绿-甲基红试液 3 滴)。用同样方法进行空白试验。

$$0.1 \text{ N 硫酸 } 1 \text{ ml} = 1.4007 \text{ mgN}$$

26. 定性反应

锌盐

(1) 锌盐在中性溶液或碱性溶液中，加硫化铵试液或硫化钠试液时，产生白色沉淀，将沉淀分离，加稀醋酸沉淀不溶，但追加盐酸时，沉淀溶解。

(2) 在锌盐溶液中，加亚铁氰化钾试液时，产生白色沉淀，追加稀盐酸时，沉淀不溶解。

(3) 在锌盐溶液中加入磷酸至呈酸性，加 1 滴硫酸铜溶液 (1→1000) 和硫氰酸汞铵试液 2 ml，产生淡紫色沉淀。

亚硫酸盐和亚硫酸氢盐

(1) 在亚硫酸盐或亚硫酸氢盐的醋酸酸性溶液中，滴加碘试液时，试液的颜色消失。

(2) 在亚硫酸盐或亚硫酸氢盐的溶液中，加入等容量的稀盐酸，就产生二氧化硫气味，液体不产生混浊。在此溶液中追加硫化钠试液 1 滴时，液体立即出现白浊，此白浊渐渐变为黄色沉淀。

铝盐

(1) 在铝盐溶液中，加入氯化铵试液和氨水试液时，产生白色胶状沉淀，追加过量的氨水试液时，沉淀不溶。

(2) 在铝盐溶液中，加入氢氧化钠试液时，产生白色胶状沉淀，追加过量试液时，沉淀溶解。

(3) 在铝盐溶液中，加入硫化钠试液时，产生白色胶状沉淀，追加过量试液时，沉淀溶解。

(4) 在铝盐溶液中，加入氨水试液至白色胶状沉淀产生为止，追加茜素 S 试液 5 滴时，沉淀变为红色。

苯甲酸盐

(1) 在苯甲酸盐浓溶液中加入稀盐酸时，产生白色结晶性沉淀，将沉淀分离，用冷水洗涤、干燥后，测定熔点为 120~122°。

(2) 在苯甲酸盐的中性溶液中加入氯化铁试液时，产生红色沉淀，追加稀盐酸时，变为白色沉淀。

氯化物

(1) 在氯化物溶液中，加入硫酸和高锰酸钾后加热时，产生氯的气味，发生的气体，用润湿过的碘化钾淀粉纸接触，纸变蓝色。

(2) 在氯化物溶液中，加入硝酸银试液时，产生白色沉淀，将沉淀分离，取一部分加稀硝酸不溶解，另外一部分加过量的氨水试液时，沉淀溶解。

过氧化物

在过氧化物溶液中，加入等容量的醋酸乙酯和重铬酸钾试液 1 滴或 2 滴，再加稀硫酸至到达酸性时，水层呈蓝色，立即摇动混合放置时，蓝色向醋酸乙酯层转移。

钾盐

(1) 钾盐用盐酸润湿后，进行焰色反应时，呈淡紫色，焰色为黄色时，通过钴玻璃观察时看到红紫色。

(2) 在钾盐中性溶液 (1→20) 中，加酒石酸氢钠试液时，产生白色结晶性沉淀。为了加速沉淀的生成，用玻璃棒擦试验管内壁。将沉淀分离，加氨水试液、氢氧化钠试液或碳酸钠试液时，沉淀都能溶解。

(3) 钾盐的醋酸酸性溶液 (1→20) 加亚硝酸钴钠试液时，产生黄色沉淀。

(4) 钾盐加过量的氢氧化钠试液，即使加温，也不会有氨的气味发生。

钙盐

(1) 钙盐用盐酸润湿后进行焰色反应时，呈现红色。

(2) 在钙盐溶液中，加碳酸铵试液时，产生白色沉淀。

(3) 在钙盐溶液中，加草酸铵试液时，产生白色沉淀，将沉淀分离，取一部分，加稀醋酸时不溶解，另外一部分加稀盐酸时，沉淀溶解。

(4) 在钙盐中性溶液中，加铬酸钾试液 10 滴，即使加热也不发生沉淀。

柠檬酸盐

(1) 在柠檬酸盐溶液中加入过量的硫酸汞试液，加热至沸，加入高锰酸钾试液时，试液的颜色消失，生成白色沉淀。

(2) 在柠檬酸的硫酸酸性溶液中，加入其容量 1/3 的高锰酸钾试液，加热至试液的颜色消失后，滴加溴试液时，产生白色沉淀。

(3) 在柠檬酸盐的中性溶液中，加入过量的氯化钙试液，煮沸时产生白色结晶性沉淀，将沉淀分离，取一部分追加氢氧化钠试液，沉淀不溶解，另外一部分追加稀盐酸时，沉淀溶解。

醋酸盐

(1) 将醋酸盐加到冲稀的硫酸 (1→2) 中加温时，有醋酸的气味产生。

(2) 在醋酸盐中加硫酸和少量乙醇，加温时有醋酸乙酯的气味发生。

(3) 在醋酸盐的中性溶液加氯化铁试液时，液体即呈红褐色，将它煮沸时，产生红褐色沉淀，加入盐酸后沉淀溶解，溶液的颜色转变为黄色。

(4) 将醋酸盐和氧化钙混合后加热时，产生丙酮的气味，将产生的气体，和用邻硝

基苯甲醛-乙醇溶液 (1→50) 浸渍后干燥再用氢氧化钠试液润湿过的滤纸接触时, 滤纸变为蓝色。

水杨酸盐

(1) 将水杨酸盐和过量的碳酸钠混合后加热时, 产生苯酚的气味。

(2) 在水杨酸盐的中性溶液中, 加入氯化铁试液 5~6 滴时, 液体即呈红色, 滴加稀盐酸时, 液体的颜色渐次转变, 开始时变为紫色, 最后颜色消失。

(3) 在水杨酸盐的浓溶液中, 加稀盐酸时, 产生白色结晶性沉淀。将沉淀分离, 用冷水很好洗涤后干燥, 测定结晶的熔点时, 约为 159°。

溴化物

(1) 在溴化物溶液中, 加硝酸银试液, 产生淡黄色沉淀, 沉淀分离后, 其一部分加稀硝酸, 不溶, 另一部分加浓氨水, 摇动混合后, 分离出液体, 加稀硝酸至呈酸性, 液体产生白浊。

(2) 在溴化物溶液中, 加入氯试液, 液体呈黄褐色, 取一部分加氯仿摇和, 氯仿层出现黄褐色至红褐色, 另外一部分加苯酚时, 生成白色沉淀。

草酸盐

(1) 草酸盐的硫酸酸性溶液, 在微温时, 滴加高锰酸钾试液, 试液的颜色消失。

(2) 在草酸盐溶液中, 加氯化钙试液, 产生白色沉淀, 将沉淀分离, 加稀醋酸, 沉淀不溶, 但追加稀盐酸, 沉淀即溶解。

溴酸盐

(1) 在溴酸盐的硝酸酸性溶液中, 加硝酸银试液 2~3 滴, 产生白色结晶性沉淀, 加热时, 沉淀溶解, 在其中再加亚硝酸钠 1 滴, 即产生淡黄色沉淀。

(2) 在溴酸盐的硝酸酸性溶液中, 加亚硝酸钠试液 5~6 滴时, 液体呈黄色至红褐色, 在其中加氯仿 1 ml, 振荡混合时, 氯仿层呈黄色至红褐色。

酒石酸盐

(1) 在酒石酸盐的中性溶液 (1→20) 中, 加硝酸银试液, 有白色沉淀。沉淀分离后取其一部分加硝酸, 沉淀即溶解。另一部分加氨水试液, 加温时沉淀溶解, 而在器壁慢慢产生银镜。

(2) 在酒石酸盐溶液中加入醋酸 2 滴、硫酸亚铁试液 1 滴和过氧化氢试液 2~3 滴, 再加过量的氢氧化钠试液时, 液体呈红紫色至紫色。

(3) 事先用硫酸 5 ml 加入间苯二酚溶液 (1→50) 2~3 滴和溴化钾溶液 (1→10) 2~3 滴, 取此液 4~5 滴, 加到酒石酸盐溶液 2~3 滴中, 在 130~140°加热时, 液体呈蓝紫色, 冷却后加水, 液体变为红色。

硝酸盐

(1) 将硝酸盐溶液和等容量的硫酸混合, 冷却后, 和硫酸亚铁试液层接触, 在界面有暗褐色的轮带产生。

(2) 硝酸盐的浓溶液加入等容量硫酸后, 放入铜片, 加热时产生黄褐色气体。

(3) 在硝酸盐溶液中, 加入二苯胺试液时, 液体呈蓝色。

(4) 在硝酸盐的硫酸酸性溶液中, 即使加入高锰酸钾试液, 试液的红色不能消去

(这是和亚硝酸盐的区别)。

碳酸盐

(1) 碳酸盐加入稀盐酸中，立即产生气体，将此气体通入氢氧化钙试液中，立即产生白色沉淀。

(2) 在碳酸盐溶液中，加硫酸镁试液时，产生白色沉淀，追加稀醋酸时，沉淀即溶解。

(3) 在碳酸盐冷溶液中，加酚酞试液 1 滴，液体即呈红色（与碳酸氢盐相区别）。

碳酸氢盐

(1) 碳酸氢盐加入稀盐酸中，立即产生气体，此气体通入氢氧化钙试液中时，即产生白色沉淀。

(2) 在碳酸氢盐溶液中加入硫酸镁试液时，不产生沉淀，但煮沸时，有白色沉淀生成。

(3) 在碳酸氢盐的冷溶液中，滴加酚酞试液 1 滴，液体不呈红色、或虽呈红色，但颜色极淡（与碳酸盐的区别）。

铁盐

(1) 在铁盐的弱酸性溶液中加入亚铁氰化钾试液时，产生蓝色沉淀，追加稀盐酸时，沉淀不溶。

(2) 在铁盐溶液中，加氢氧化钠试液时，产生红褐色胶状沉淀，追加硫化钠试液时，沉淀转变为黑色。将沉淀分离后加稀盐酸，沉淀溶解，而液体产生白浊。

(3) 在铁盐的中性或弱酸性溶液中，加硫氰酸铵试液时，液体呈红色，追加盐酸，颜色不消失，但进一步追加氯化汞试液时，溶液的颜色就消失。

硫代硫酸盐

(1) 在硫代硫酸盐的醋酸酸性溶液中，滴加碘试液时，试液的颜色消失。

(2) 在硫代硫酸盐溶液中加入等容量的稀盐酸时，有二氧化硫的气味产生，液体渐渐变为白浊，放置后，白浊变为黄色沉淀。

(3) 在硫代硫酸盐溶液中，加入过量的硝酸银试液，产生白色沉淀，放置后，沉淀逐渐变为黑色。

钠盐

(1) 钠盐用盐酸润湿后，进行焰色反应，火焰呈黄色。

(2) 钠盐的中性或弱碱性浓溶液，加焦锑酸钾试液时，产生白色结晶性沉淀，为了加速沉淀的生成，可用玻棒擦试验管的内壁。

乳酸盐

在乳酸盐的硫酸酸性溶液中，加高锰酸钾试液，加热时有乙醛的气味产生。

钡盐

(1) 钡盐用盐酸润湿后，进行焰色反应，呈持续的黄绿色。

(2) 钡盐溶液加稀硫酸时，生成白色沉淀，追加稀硝酸时，沉淀不溶解。

铋盐

(1) 铋盐必须用少量盐酸溶解，加水稀释时，产生白浊。追加硫化钠试液 1~2 滴

时,产生暗褐色沉淀。

(2) 在铋盐的盐酸酸性溶液中,加硫脲试液时,液体呈黄色。

(3) 在铋盐的稀硝酸或稀硫酸溶液中,滴加碘化钾试液时,产生黑色沉淀,追加碘化钾试液后,沉淀溶解,呈橙色。

氟化物

(1) 在氟化物水溶液中加入氯化钙试液时,产生白色沉淀,追加醋酸时,沉淀几乎不溶。

(2) 取本品 0.1 g 置铂坩埚中,加硫酸 1 ml,用清洁玻璃片覆盖,在水浴上加热 15 分钟,将玻璃片用水冲洗,擦去水分后观察,发现玻璃片已被腐蚀。

(3) 在氟化物的中性或弱酸性溶液中加入茜素配位酮试液 pH 4.3 的醋酸-醋酸钾缓冲液和硝酸铈试液的混后液 (1:1:1) 1.5 ml,溶液呈蓝紫色。

芳香伯胺

在芳香伯胺的酸性溶液中,在冷冻情况下加亚硝酸钠试液 3 滴,摇动混合,放置 2 分钟,然后加氨基磺酸铵溶液 (1→40) 1 ml,摇动混合,放置 1 分钟后,加草酸 *N*-(1-萘基)-*N'*-二乙基乙二胺溶液 (1→1000) 1 ml。



溶液呈红紫色。

硼酸盐

(1) 将硼酸盐和硫酸及甲醇混合后点火,燃烧时放出绿色的火焰。

(2) 将姜黄试纸 (curcuma paper) 用硼酸盐的盐酸酸性液润湿后,加温干燥时,试纸呈红色,滴加氨水试液后,转变为蓝色。

镁盐

(1) 镁盐溶液加碳酸铵试液时,产生白色沉淀,追加氯化铵试液时,沉淀溶解,再追加磷酸氢二钠试液时,产生白色结晶性沉淀。

(2) 在镁盐溶液中加入氢氧化钠试液时,产生白色胶状沉淀,加过量试液时,沉淀不溶,但追加碘试液时,沉淀变为暗褐色。

硫酸盐

(1) 在硫酸盐溶液中,加氯化钠试液时,产生白色沉淀,追加稀硝酸时,沉淀不溶。

(2) 在硫酸盐的中性溶液中,加醋酸铅时,产生白色沉淀,追加醋酸铵试液时,沉淀溶解。

(3) 在硫酸盐溶液中加入等容量稀盐酸不产生白浊现象 (与硫代硫酸盐的区别)。此外,还不发生二氧化硫的气味 (与亚硫酸盐的区别)。

磷酸盐

(1) 在磷酸盐的中性溶液中加入硝酸银试液,产生黄色沉淀,追加稀硝酸或氨水试液时,沉淀即溶解。

(2) 在磷酸盐的中性或稀硝酸酸性溶液中,加钼酸铵试液加温时,产生黄色沉淀,追加氢氧化钠试液或氨水试液时,沉淀溶解。

27. 铁 试 验 法

铁试验法，是试验试料中混在的铁量，是否超过允许限度。其限度以铁计，用重量百万分率（ppm）表示。

操作

除另有规定以外，取各条中规定量的试验溶液（A），加稀硝酸 5 ml 和水，加至 45 ml，作为试验溶液（B）。

另外，取各条中规定量的铁标准液，和试验溶液（A）同样处理，但不加试料，加稀硝酸 5 ml 和水，加至 45 ml，作为比较液。在试验溶液（B）和比较液中，各加硫氰酸铵试液 5 ml 后，振荡混合，放置 5 分钟后，将两液比色，试验溶液（B）的呈色，不得较比较液浓。

28. 铅 试 验 法

铅试验法，是试验试料中混在的铅量，是否超过限度，其限度以铅计，用重量百万分率（ppm）表示。

操作

除另有规定以外，取各条中规定量的试验溶液，加入铅试验法用的柠檬酸铵试液 2 ml 和甲基红试液 2 滴，加浓氨水至液体呈黄色，然后再加铅试验法用亚硫酸钠试液 10 ml 和氰化钾试液 10 ml，很好摇和后，在水浴上加热 10~15 分钟，冷却后，加浓氨水 1.5 ml 后，移入分液漏斗，加双硫腙苯试液，正确量取 10 ml，强烈摇荡 1 分钟除去水层，然后加稀氰化钾试液 40 ml 强烈摇荡 30 分钟后放置，分取苯层，用苯作为对照液，用层长 10 mm 在波长 520 nm 测定吸光度。

另外，将双硫腙（dithizone）用铅标准液进行同样处理，从得到的检量线，求出铅（Pb）的量。

操作注意事项

（1）此试验和试验溶液调制时所用的试药，需采用空白试验不呈色或几乎不呈色的。

（2）试料若为铁盐时，则铅试验法用柠檬酸铵试液为 10 ml，铅试验法用亚硫酸钠试液为 20 ml，氰化钾试液为 20 ml。

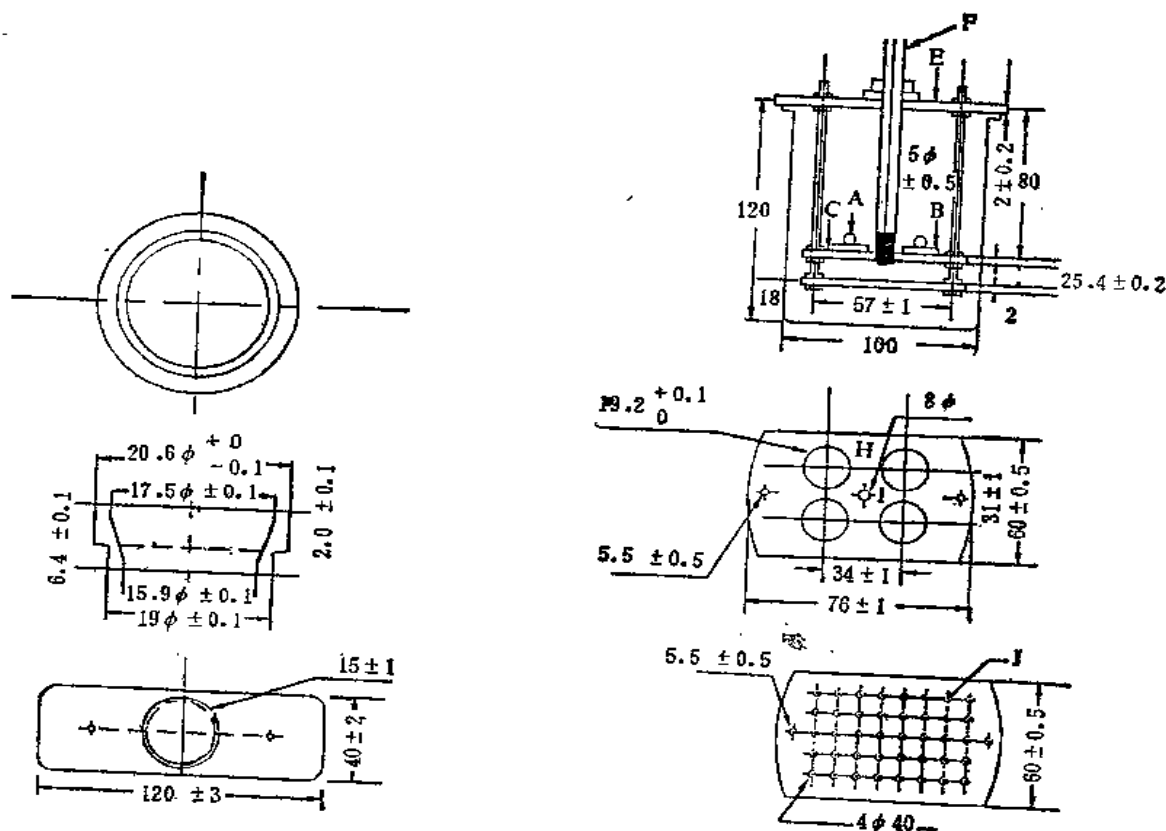
29. 软化点测定法

软化点按下列方法测定。

装置 如图所示。

- A: 钢球（直径 9.5 mm，重 3.5 g）
- B: 环（黄铜制，其概略如图 2）
- C: 环的支持板（金属制，其概略如图 3）
- D: 底板（其概略如图 4，对流孔 J 有 40 个）
- E: 位置固定板（其概略如图 5）
- F: 温度计 1 号（其水银球中心和环的支持板 C 的下面同样高度）

- G: 烧杯
H: 环的支持孔
I: 温度计水银球插入孔
J: 对流孔 (直径约 4 mm)



(图中的数字为 mm 数)

操作

将试料在尽可能低的温度下熔解，然后将环 B 平坦地放在金属板上，注意勿使泡沫进入熔解的试料中，将试料装满 B 中，在室温下放置 40 分钟，用稍加热的小刀刮去 B 的上端平面以上的部分。然后将烧杯 G 装入新煮沸后冷却的水达到深 90 mm 以上，将水温保持在比预计软化点约低 60° 左右。在 B 中试料表面的中央装上钢球 A，将其 B 嵌入支持孔 H 中，使 B 的上端到水面的距离为 50 ± 2 mm，放置 15~20 分钟后，开始加热。

加热时喷灯的火焰，处于烧杯底的中央和边缘的中间达到均匀加热，小心加热 3 分钟以后，继续加热的速度控制每分钟上升 $5 \pm 0.5^\circ$ 。

试料渐渐软化后从 B 流出落下，和底板 D 接触时的温度作为软化点。测定每次使用 4 个 B，测定 2 次以上，取其平均值。

30. 粘度测定法

液体往一定方向流动时，在流动的两层平行平面间产生内部摩擦力，这种性质叫做粘度。粘度与平面的宽度和该面垂直方向的速度梯度成比例。其比例常数叫做绝对粘度，是该液体在一定温度时固有的常数。其单位用泊或厘泊。

将绝对粘度除以同温度液体的密度所得的值，叫做运动粘度，其单位为施，或用厘施。

液体的粘度，用下述的第1法或第2法进行测定。

第1法

这种测定法，是主要测定牛顿流动的粘性液体的粘度的方法，使用 Ubbelodhe 型毛细管粘度计，用一定体积的液体，通过毛细管流下所需的时间与标准液流下所需时间进行比较。

若试料的绝对粘度为 η ，运动粘度为 ν ，在测定温度时的密度为 d (g/ml)，流下时间为 t ，则有如下关系式：

$$\nu = \frac{\eta}{d} = kt$$

k 为粘度计的常数，若使用 η 和 d 已知或 ν 已知的标准液，可测定 t 定出 k 。测定了试料的 d 和 t 后可定出 η ，或测定了 t 后可算出 ν 。

测定与水接近的粘度时，可用水作为标准液，事先定出该粘度计的常数 k 。水的运动粘度，在 20° 时为 $1.0038 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ (1.0038 cSt)。要测定比较高的粘度时确定粘度计的 k ，必须使用粘度与试料粘度接近而粘度已知的液体作为标准液。其基准除另有规定以外，粘度的单位使用厘施。

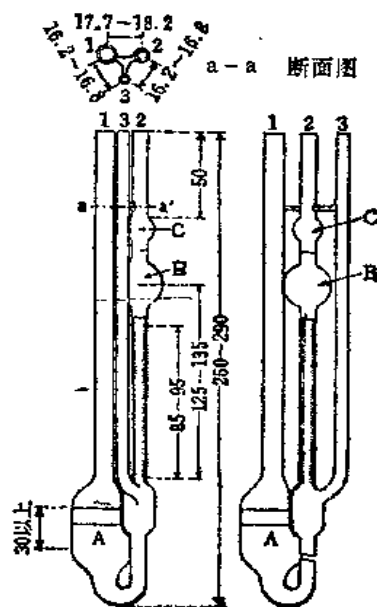
装置

$10^{-6} \sim 10^{-2} \text{ m}^2/\text{s}$ ($1 \sim 10\,000$ cSt) 液体粘度的测定，除另有规定以外，使用如图所示的 Ubbelodhe 型粘度计。毛细管的内径和测定时适用的粘度范围如下表的关系。

粘度计常数 k 为 0.005 至 0.05 的粘度计，球 B 的内容积为 4 ml， k 为 0.1~1.0 的粘度计球容积为 5 ml， k 为 3.0~10.0 时球的容积为 6 ml。

操作

将试料平稳地从管 1 处装入，使粘度计垂直静置时，试料的液面到达球 A 的二个标识之间。将此粘度计置于规定温度 $\pm 0.1^\circ$ 的恒温槽中，并使球 C 浸入水中并保持粘度计在垂直状态，使试料温度到达相同的温度，在槽中放置 20 分钟。用手指堵住管口 3，在管 2 处轻轻抽吸并勿使气泡进入管 2 中，将液面吸至球 C 的中心部位为止，停止抽吸，放开管 3 的管口，立即堵住管 2 的管口毛细管的最下端的试料流下时，开启



管 2 的管口, 液面从球 B 的上标线流下至下标线为止所需的时间 t (秒) 用秒表测定。算出运动粘度 ν 或绝对粘度 η 。

粘度计常数 k 值, 事先用标准液测定, 用同样的方法进行试验, 测定使用试料时的 k 值。此时的温度, 若有不同也没有关系。

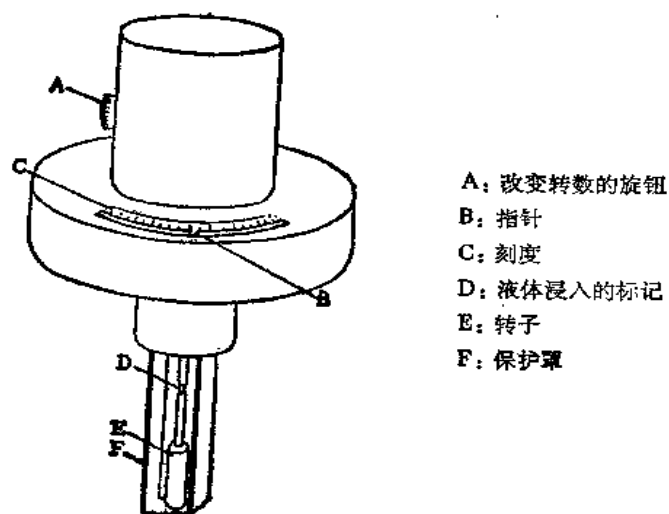
粘度计的大概常数 (k)	毛 细 管		粘 度 范 围
	内径 (mm)	长度 (mm)	cSt
0.005	0.47~0.51	85~95	1~5
0.01	0.56~0.60	85~95	2~10
0.03	0.75~0.79	85~95	6~30
0.05	0.85~0.89	85~95	10~50
0.1	1.07~1.13	85~95	20~100
0.3	1.40~1.46	85~95	60~300
0.5	1.61~1.67	85~95	100~500
1.0	1.92~1.98	85~95	200~1000
3.0	2.63~2.71	85~95	600~3000
5.0	3.01~3.11	85~95	1000~5000
10.0	3.53~3.66	85~95	2000~10000

注: $1 \text{ cSt} = 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

第 2 法

这种测定法, 主要适用于非牛顿流动的粘性液体的粘度测定。使用布洛克非尔特型粘度计。在粘性液中以一定角速度旋转的转子, 在转动时产生的粘性抵抗扭矩, 由弹簧检出, 换算为粘度。

转子的种类和旋转数可以改变, 选用适于试料的转子和转速。粘度的单位, 采用 cP (厘泊, $1 \text{ cP} = 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$)。



操作

根据各条规定, 装好转子 E 和保护罩 F。用改变转数的旋钮 A 设定各条所规定的旋转数。

将转子 E 放入装有试料的容器中，使试料的液面与液体浸入的标记 D 相一致。推上电闸，E 开始转动，指针 B 从 0 开始走动。待 B 的指针稳定，或经过一定时间后旋转停止，读取 B 指示的刻度 C。此指示值，根据使用 E 的种类和旋转数不同乘以表中的换算常数，可以算出试料的绝对粘度厘泊。

例如，在各条，1500~2500（2 号，12 转，30 秒间）cP 所规定的，表示使用 2 号转子，1 分钟旋转 12 转，30 秒后指示的粘度为 1500~2500 cP (1.5~2.5 Pa·s)。

另外，如在各条，3000~4000（4 号，12 转，稳定）cP 所规定的，表示使用 4 号转子，1 分钟旋转 12 转，指针的刻度稳定时的粘度为 3000~4000 cP (3~4 Pa·s)。

换 算 常 数 表

转子的种类 \ 旋转数	60	30	12	6
接头	0.1	0.2	0.5	1.0
1 号	1	2	5	10
2 号	5	10	25	50
3 号	20	40	100	200
4 号	100	200	500	1000

31. 薄层色谱法

这种色谱法，是用硅胶薄层代替滤纸色谱法的滤纸，叫做薄层色谱法。

操作

除了另有规定者以外，采用在平滑耐热性玻璃板（纵 200 mm，横 50 mm 或 200 mm，厚度 3 mm）上适当的装置，均匀涂布硅胶（薄层色谱用）厚度 250~300 μm 的薄层，将薄层抬起水平放置，在室温下放置 2~3 小时，然后将它在 50~60°干燥 1 小时。再在 105°加热 1 小时之后，置于放有干燥剂的气密容器内冷却。

在离薄层板一端 20 mm 处开始，用微量移液管或毛细管将试验溶液和对照液 约以 10 mm 的间隔进行滴加使产生斑点。将它再次放入气密容器内使斑点干燥后，将用试验溶液产生斑点的一端，置于事先加入展开用溶剂的展开用容器的下端。使薄层板的那端浸在溶剂中，浸到离那端约 10 mm 处为止。将展开用容器密盖，用上升法展开。当展开用溶剂上升至离开用试验溶液做斑点的点 100 mm 距离处时，将玻璃板从展开用容器中取出，进行干燥。将试验溶液和对照液展开后所得的斑点和颜色，在自然光下，如有必要，在紫外线下进行观察和比较。

操作注意事项

用硅胶涂布玻璃板时，按照其容器所示的调制法。

32. 相对密度测定法

相对密度 $d_4^{t'}$ ，为试料和水，分别在 t' ° 和 t ° 时等体积重量之比，用下面的第 1 法、

第2法或第3法进行测定。

第1法

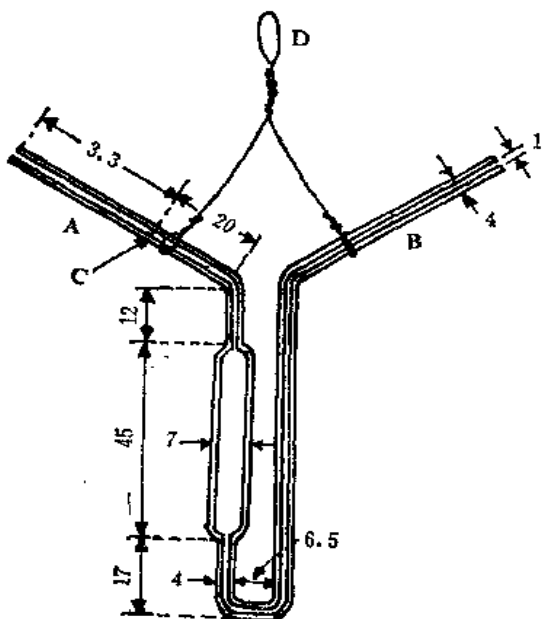
A. 用比重瓶的方法

比重瓶一般为内容10~100 ml的玻璃制容器，磨口塞上附有温度计，还有标线和具有磨口盖的侧管构成。

事先精确称量比重瓶的重量 W ，然后除去塞和盖，装满试料，在温度比 t' 低1~3°时，注意不留气泡，将比重瓶塞好。使温度慢慢上升，至温度计指示在 t' °时，将在标线上部的试料，从侧管除去，将侧管盖好，拭好外部后，精确称量得重量 W_1 。再用同一比重瓶，装好水后同样操作，在 t' °精确称重，得重量 W_2 。

$$d'_t = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

B. 斯氏·奥氏比重计 (Sprengel Ostwald Pyknometer)



斯氏·奥氏比重计为内容1~10 ml的玻璃制容器，如图所示，两端为厚壁细管，其一侧的细管A上，刻有标线C。

先将比重计清洁干燥，用铂线或铝线等吊起，在化学天平上称重。然后，将细管B浸于比 t' °低3~5°试料中。A端接橡皮管或套上磨口细管，注意不要使气泡进入将试料吸至C的上端为止。然后，在 t' °的水浴中约浸15分钟后，将B的边缘和滤纸接触，使试料的边缘和C一致。从水浴中取出，将其外部很好拭净后，称得重量 W_1 ，用同一比重计装水进行同样的操作，在 t' °的称重量为 W_2 。

按照本法A法的公式计算相对密度 d' 。

C. 浮秤法

规定温度用浮秤（比重计），需有必要的精确度。将浮秤用乙醇或乙醚清浄后使用。将试料很好搅拌混合后，待气泡完全消失后，使浮秤浮起。在规定温度时，当浮秤静止时，读取液面上缘的相对密度。当浮秤有读取方法的指示时，则按照其方法读取。

第2法

使用与第1法A相同形状的25 ml比重瓶，加入灯油（日本工业规格K 2203之1号所规定者）约6 mm的深度，精确称其重量为 W 。根据各条干燥减量项的规定条件，取干燥后的试料1~2 ml，加入瓶中，精确称重为 W_1 。然后，用灯油洗附在器壁的试料，洗入瓶中，追加灯油将试料覆盖。将比重瓶放入干燥器中，在3 mmHg以下减压，待气泡不出来时，取出比重瓶，加满灯油，将它保持17~19°，慢慢升温至温度计到达20°时，将标线以上的灯油从侧管除去。盖上侧管，拭净外部后，精确称重，得 W_2 。

然后用同一比重瓶，装入灯油，与前面同样操作，精确称取在20°的重量 W_3 。

$$d_{20}^{20} = \frac{(W_1 - W)D}{(W_1 - W) + (W_3 - W_2)}$$

D: 所用灯油的相对密度 d_{20}^{20} 。

第3法

使用与第1法的A相同形状的比重瓶精确称重为 W 。然后，除去塞子和盖子，不要触及温度计先端将熔解的试料装入，不装温度计将瓶和试料慢慢升温，使试料在略高于熔解温度下保持1小时，除去试料中的泡沫。

冷却后，将温度计和盖子装上精确称重为 W_1 ，然后将塞和盖除去，在试料上面用水充满，使温度较 20° 低 $1\sim 3^\circ$ ，注意当气泡不存在时盖上塞子。慢慢升温，至温度计指示在 20° 时，将标线上部的水从侧管除去，盖好侧管，将外部拭净后，精确称重为 W_2 。

再用同一比重瓶加水，同前面一样操作，精确称重 20° 的重量 W_3 。

$$d_{20}^{20} = \frac{W_1 - W}{(W_2 - W) - (W_3 - W_1)}$$

33. 砷 试 验 法

砷试验法，是试验化妆品原料中混在的砷量，是否超过许可限度。其限度以三氧化二砷 (As_2O_3) 的量表示，通常用重量百万分率 (ppm) 表示。

装置A 采用如图1所示的装置。

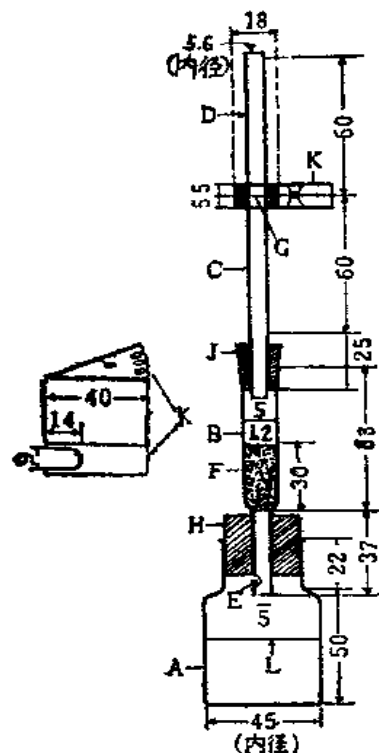


图 1

A: 发生瓶 (至瓶肩的容量约为 70 ml)

B: 排气管

C 和 D: 褐色玻璃管 (内径 5.6 mm, 连接部的外径为 18mm, 带磨口)

E: 小孔

F: 玻璃纤维 (约 0.2 g)

G: 溴化汞纸 (18 mm x 18 mm)

H 和 J: 橡皮塞

K: 夹子

L: 40 ml 的标线

用玻璃纤维填装排气管 B 至约 30 mm 高度，用醋酸铅试液和水的等容混合液均匀

润湿后，从下端轻轻抽吸，除去过量的液体。然后将它垂直插入橡皮塞 H 的中心，B 的下部小孔 E 稍稍突出，装在发生瓶内。在 B 的上端有玻璃管 C，用橡皮塞 J 垂直固定，使 C 的下端和 J 的下端在同一平面上。在快要使用前，在 C 和 D 的磨口面间，插入溴化汞纸 G，用夹子 K 将 C 和 D 固定。

装置 B 采用如图 2 的装置。

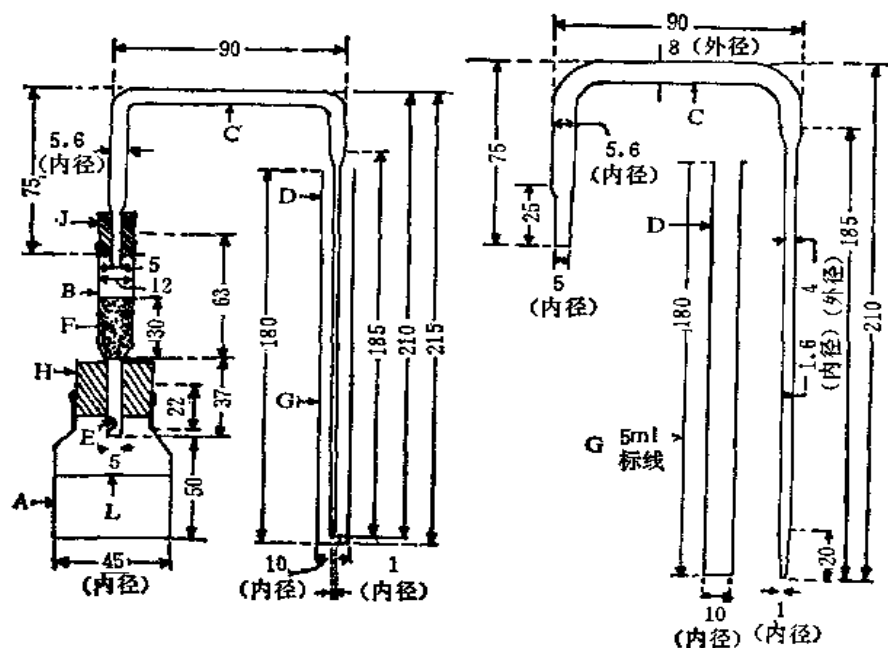


图 2 (数字为 mm 数)

- A: 发生瓶 (至瓶肩的容量约为 70 ml)
- B: 排气管
- C: 玻璃管 (内径 5.6 mm, 插入吸收管的部分, 先端拉至内径 1 mm)
- D: 吸收管 (内径 10 mm)
- E: 小孔
- F: 玻璃纤维 (约 0.2 g)
- G: 5 ml 的标线
- H 和 J: 橡皮塞
- L: 40 ml 标线

用玻璃纤维 F 填充排气管 B 至约 30 mm 的高度，用醋酸铅试液和水的等容量混合液润湿均匀，在下端轻轻抽吸，除去过量的液体，将它垂直插入橡皮塞 H 的中心，B 下部的小孔 E，在下部稍稍突出，装在发生瓶 A 内。在 B 的上端用橡皮塞 J 垂直固定玻璃管 C。C 的排气管侧的下端和橡皮塞 J 的下端处于同一平面上。

操作

(1) 试验溶液的调制，除另有规定以外，有如下方法。

第 1 法

除另有规定以外，根据各条规定的量采取试料，加水 5 ml，如有必要可加温溶解，作为试验溶液。

第2法

除另有规定以外, 根据各条规定量采取试料, 加水 5 ml 和硫酸 1 ml。但在无机酸场合时不加硫酸。在其中, 加亚硫酸水溶液 10 ml, 置于小烧杯中, 在水浴上加热蒸发至约 2 ml 亚硫酸消失, 加水至 5 ml, 作为试验溶液。

第3法

除另有规定以外, 根据各条规定的量采取试料, 放入铂制、石英制或瓷制坩埚中。在其中, 加入硝酸镁的乙醇溶液 (1→50) 10 ml, 点火使乙醇燃烧后, 慢慢加热灰化。如果用此方法后仍有炭化物残留时, 则加少量的硝酸润湿, 再度灼烧灰化。冷却后, 在残留物上加盐酸 3 ml, 在水浴上加温溶解, 作为试验溶液。

(2) 试验溶液的试验 除另有规定以外, 用以下方法试验。

(i) 采用装置 A 的试验方法

标准色的配制, 在同时进行。

在发生瓶 A 中加入试验溶液, 必要时用少量水洗涤将洗液加入。加甲基橙试液 1 滴, 用氨水试液, 浓氨水或稀盐酸中和后, 加稀释盐酸 (1→2) 5 ml 和碘化钾试液 5 ml, 放置 2~3 分钟后, 再加酸性氯化亚锡试液 5 ml, 在室温下放置 10 分钟。

然后加水至 40 ml, 加入 2 g 无砷的锌, 立即用橡皮塞 H 把连结好的 B、C、G 和 D, 装在发生瓶 A 上。将发生瓶浸在 25° 水中至瓶肩为止, 放置 1 小时后, 立即观察溴化汞纸的颜色。将此颜色与标准色比较, 不得比标准色深。

标准色的调制 在发生瓶 A 中, 正确加入砷标准液 2 ml, 再加稀释的盐酸 (1→2) 5 ml 和溴化钾试液 5 ml, 放置 2~3 分钟后, 加酸性氯化亚锡试液 5 ml, 在室温下放置 10 分钟。以后按前面同样的操作, 得溴化汞的呈色标准色。此颜色相当于三氧化二砷 (As_2O_3) 2 μg 。

(ii) 采用装置 B 的试验方法

在同时进行标准色的配制

在发生瓶 A 中加入试验溶液, 以后采用装置 A 的方法进行同样的操作, 在室温下放置 10 分钟。

然后加水至 40 ml, 加入 2 g 无砷的锌, 立即在发生瓶 A 上装上连接于橡皮塞 H 的 B 和 C。C 的细管部末端插入吸收管 D 的底部, 吸收管 D 事先已加好砷化氢吸收液 5 ml。

将发生瓶 A 放入 25° 的水中浸没至瓶肩为止, 放置 1 小时。将吸收管取下, 必要时加吡啶至 5 ml, 观察吸收液的颜色。此色不得深于标准色。

标准色的调制 在发生瓶 A 中, 正确加入砷标准液 2 ml, 再加稀释的盐酸 (1→2) 5 ml 和溴化钾试液 5 ml, 放置 2~3 分钟后, 加酸性氯化亚锡试液 5 ml, 在室温下放置 10 分钟。以后按前面同样的操作得到的吸收液的呈色, 作为标准色。此色相当于三氧化二砷 (As_2O_3) 2 μg 。

砷化氢吸收液: 二乙基二硫代氨基甲酸·银 0.50 g 溶于吡啶中配成 100 ml。将此液倒入遮光通用塞的瓶中, 在冷处保存。

(iii) 采用装置 C 的试验方法

装置 C 如图 3 所示。

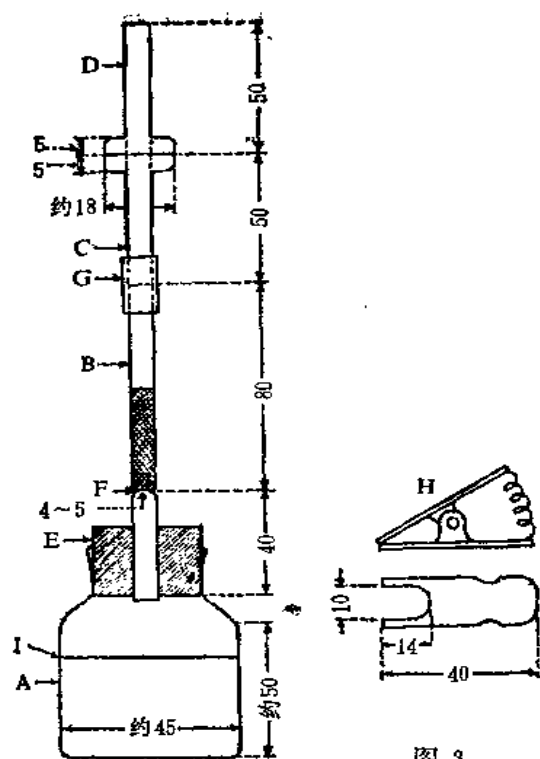


图 3

A: 发生瓶, 容量约 60 ml, 在 40 ml 处有标线

B: 内径约 6.5 mm 的玻璃管

C 和 D: 连接部为磨口玻璃管, 内径 6.5 mm, 外径 18 mm, 连接部的内缘和外缘为同心圆

E: 橡皮塞

F: 为玻璃管 B 凹下处, 用以支持玻璃纤维

G: 橡皮管

H: 夹子

I: A 的 40 ml 处标线

在玻璃管 B 中, 从 F 部开始, 装填玻璃纤维约达 30 mm 的高度, 砷试验装置 C 用醋酸铅试液和水的等容量混合液均匀润湿, 在管的下部轻轻吸引使玻璃纤维和器壁上过量的液体除去。

在即将使用前, 在玻璃管 C 和 D 的连接部位的砷试验装置 C 用溴化汞纸插入, 用夹子 H 将两管固定。

操作

(1) 试验溶液的操作

除另有规定者以外, 取根据各条所规定的试验溶液的量子发生瓶中, 用浓氨水或氨水试液中和, 加稀释盐酸(1→2) 5 ml 和碘化钾试液 5 ml, 放置 2~3 分钟后, 用氯化亚锡试液 5 ml 加于砷试验装置 C, 放置 10 分钟。然后加水至 40 ml, 加入 2 g 无砷的锌, 立即把装好玻璃管 B、C 和 D 的橡皮塞 E 装在发生瓶 A 上, 浸在 25° 的水中浸至发生瓶的肩部, 放置 1 小时。

(2) 标准液的操作

除另有规定者外, 在发生瓶中加入 2 ml 砷标准液, 进行和试验溶液同样的操作。

(1) 和 (2) 的操作, 尽可能同时进行。操作后, 马上取出溴化汞纸, 注意不要照到直射日光, 在迅速进行比色时, (1) 的呈色不得深于 (2) 的呈色。

操作注意事项

此试验和试验溶液调制时用的试药和试液, 使用在空白试验时不呈色或几乎不呈色的。

34. 维生素 A 定量法

维生素 A 定量法，是测定视黄醇醋酸酯、视黄醇棕榈酸酯、维生素 A 油或其它原料中的维生素 A，用紫外光的消光度进行定量。但是，在一般原料种类中，有妨碍定量的物质存在，需进行适当的预处理。

1 维生素 A 单位（与 1 维生素 A 国际单位相同）相当于维生素 A（醇型）0.3 μg 。

操作

操作宜快速进行，尽可能避免与空气或其它氧化剂接触，并使用遮光容器。

除了另有规定以外，采用第 1 法测定。如果不适合第 1 法定定的条件，则采用第 2 法操作。

第 1 法

精确称量试料约 0.5 g，溶于维生素 A 定量用异丙醇，配成 250 ml。将此溶液在层长 10 mm，波长 326 nm 测定消光度，使用维生素 A 定量用异丙醇正确稀释使消光度达到 0.5 左右作为试验溶液，测定吸收极大波长。

此外，还测定层长 10 mm，波长 300 nm，310 nm，320 nm，326 nm，330 nm，340 nm 和 350 nm 的消光度，以 326 nm 的消光度为 1.000 时，求在各波长消光度之比。在波长 325~328 nm 有极大吸收部，若求得的各波长消光度之比各在表中所示值的 ± 0.030 范围内，则可从 326 nm 的消光度 A，计算试料 1 g 中的维生素 A 单位。

$$1 \text{ g 中维生素 A 单位数} = E_{1\%}^{1\text{cm}}(326 \text{ nm}) \times 1900$$

$$E_{1\%}^{1\text{cm}}(326 \text{ nm}) = A/W \times V/100$$

V：试验溶液的总 ml 数。

W：试验溶液 V ml 中的试料 g 数。

λ (nm)	视黄醇醋酸酯	视黄醇棕榈酸酯
300	0.578	0.590
310	0.815	0.825
320	0.948	0.950
326	1.000	1.000
330	0.972	0.981
340	0.786	0.795
350	0.523	0.527

确认试验

视黄醇醋酸酯和视黄醇棕榈酸酯的确认，按如下试验法进行。

操作

分别称取相当于 15000 单位的试料，薄层色谱用视黄醇醋酸酯标准品和薄层色谱用视黄醇棕榈酸酯，各用石油醚 5 ml 溶解，作为试验溶液和标准溶液。将试验溶液和标准溶液各 5 μl 在薄层板上点滴，用苯作为展开溶媒按薄层色谱进行试验。风干后，用三氯化锑试液喷雾，将试料和标准品呈蓝色的主要斑点的位置进行比较。

按照第 1 法操作，若在波长 325~328 nm 无极大吸收部时，或消光度之比不在表所

示值的±0.030 范围内, 则采用第 2 法。

第 2 法

根据试料的表示量, 精确称取相当于 500 维生素 A 单位以上的试料, 置于烧瓶内, 加无醛乙醇 30 ml 和焦赭酚-乙醇溶液 (1→10) 1 ml。然后加氢氧化钾溶液 (9→10) 3 ml, 装上回流冷凝器在水浴上加热 30 分钟皂化。快速冷却至室温, 加水 30 ml, 移至分液漏斗 A 中。烧瓶先用 10 ml 水洗, 然后用乙醚 40 ml 洗, 将洗液加到分液漏斗 A 中, 振荡混合后放置。将水层放于分液漏斗 B 中, 用维生素 A 定量用的乙醚 30 ml 洗烧瓶后, 将洗液放入分液漏斗 B 中, 振荡混合萃出。

分液漏斗 B 中分出的水层放入烧瓶, 乙醚层合并于分液漏斗 A 中, 分出的水层, 从烧瓶倒入分液漏斗 B 中, 加维生素 A 定量用乙醚 30 ml, 振荡混合萃取。萃出的乙醚层, 合并到分液漏斗 A 中。然后洗涤乙醚层, 先在分液漏斗 A 中, 加水 10 ml, 轻轻地倒立 2~3 次后静置, 除去分离的水层, 然后每次加水 50 ml, 洗涤 3 次, 每次强烈摇动。洗液用酚酞试液试验至不呈色为止, 如酚酞仍有红色, 每次再用 50 ml 水洗至无色。放置 10 分钟, 尽可能把水除去。将乙醚萃出液放入三角烧瓶, 用维生素 A 定量用乙醚 10 ml 洗分液漏斗 A, 共洗二次放入三角烧瓶中。加无水硫酸钠 5 g, 振荡混合, 倾斜三角烧瓶, 将乙醚萃出液移至那斯型烧瓶中。残留的硫酸钠用维生素 A 定量用乙醚每次 10 ml 洗 5 次以上, 洗液并入那斯型烧瓶。将乙醚萃出液浸于 45° 水浴中, 在摇动下, 用吸气器浓缩至约 1 ml, 立即加入维生素 A 定量用异丙醇溶解, 稀释至每 1 ml 正确达到 6~10 维生素 A 单位的试验溶液。

测定此液层长 10 mm 时波长 310 nm、325 nm 和 334 nm 的消光度 A_1 、 A_2 和 A_3 , 计算试料 1 g 中维生素 A 单位。

$$1 \text{ g 中维生素 A 单位数} = E_{1\%}^{1\text{cm}} (325 \text{ nm}) \times 1830$$

$$E_{1\%}^{1\text{cm}} (325 \text{ nm}) = A_2/W \times V/1000 \times f$$

$$f = 6.815 - 2.555 \times A_1/A_2 - 4.260 \times A_3/A_2$$

f : 校正系数;

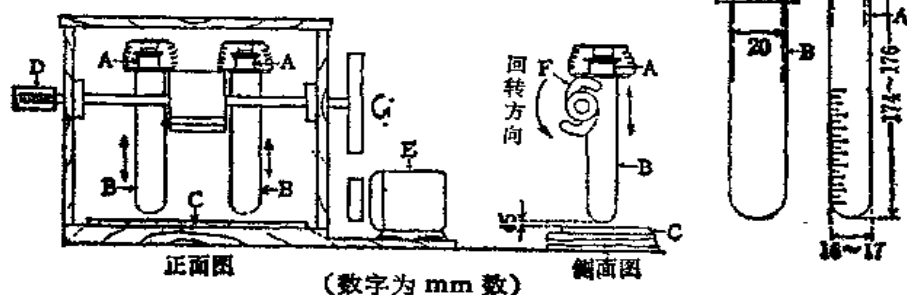
V : 试验溶液的总 ml 数;

W : 试验溶液 V ml 中的试料的克数。

35. 比容测定法

比容是单位质量的物体所占的体积。

装置 采用如图所示的装置。



A: 有刻度的试验管 (容量 20 ml, 重 15~16 g)

B: 金属管

C: 橡胶板 (厚度 3 mm)

D: 示数器

E: 马达

F: 旋转翼

操作

除另有规定以外, 将试料在 105°干燥至恒重, 通过标准网筛 177 μ m 后, 正确称取 3.0 g, 将它平稳地倒入刻度 20 ml 的刻度试验管 A 中。将 A 装入金属管 B 中, 盖上盖子, 从高 45 mm 处落下, 以每 2 秒钟转动一转的转速落下 400 次后, 读取其容积。

$$\text{比容积 (ml/g)} = \frac{\text{容积 (ml)}}{3(\text{g})}$$

36. 不皂化物测定法

不皂化物, 是试料中含有的不被氢氧化碱皂化的、能溶于油脂溶媒而不溶于水的物质。

操作

除另有规定以外, 精确称取试料约 5 g, 置于 250 ml 烧瓶中, 加氢氧化钾-乙醇试液 50 ml, 装上回流冷凝器, 在水浴上不断摇动平稳加热煮沸 1 小时, 转移到第 1 分液漏斗中, 烧瓶用温水 100 ml 洗涤, 将洗液加入第 1 分液漏斗中, 再加水 50 ml, 放冷至室温。然后, 用乙醚 100 ml 洗烧瓶, 洗液加于第 1 分液漏斗, 强烈振荡混合 1 分钟, 进行萃取, 放置待明显分为 2 层。

水层移入第 2 分液漏斗, 加乙醚 50 ml, 同样振荡混合后, 水层放入第 3 分液漏斗, 加乙醚 50 ml, 再同样操作振荡混合进行萃取。将第 2 和第 3 分液漏斗中的乙醚萃出液, 移入第 1 分液漏斗中, 各该分液漏斗, 用少量乙醚洗涤洗液合并于第 1 分液漏斗。

第 1 分液漏斗中的乙醚萃出液用水洗涤, 每次用水 30 ml, 洗至洗液用酚酞 2 滴试液不呈红色为止。在乙醚液中加入少量无水硫酸钠, 放置 1 小时后, 用干燥滤纸过滤到已知重量的烧瓶中。将第 1 分液漏斗用乙醚很好洗涤, 洗液并入原先用滤纸过滤的烧瓶中。将合并的滤液和洗液在水浴上加温使乙醚几乎完全蒸去后, 加丙酮 3 ml, 再在水浴上蒸发至干涸, 在减压下 [26664.4 Pa (约 200 mmHg)] 于 70~80°加热 30 分钟, 移入干燥器 (减压, 硅胶) 中, 放冷 30 分钟后, 称取其重量。

在烧瓶中, 加入 2 ml 乙醚, 和中和过的乙醇 10 ml, 很好振荡使萃出物溶解后, 加酚酞试液数滴, 用 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液滴定至微红色保持 30 秒钟为止, 使混入的脂肪酸中和。

$$\text{不皂化物 (\%)} = \frac{A - (B \times 0.0282)}{C} \times 100$$

A: 萃出物的重量 (g);

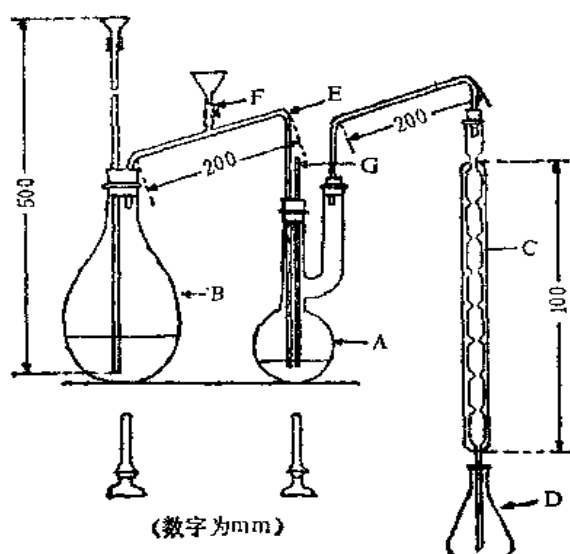
B: 0.1 N 氢氧化钾-乙醇液的消耗量 (ml);

C: 试料重量 (g)。

37. 氟 试 验 法

氟试验法，是测定试料中的含氟量是否超过限度。其限度，以氟（F）的重量百分率（%）表示。

装置 如图所示。



- A: 蒸馏烧瓶 (容量约 300 ml)
- B: 水蒸汽发生器 (容量约 1000 ml)
- C: 冷却器
- D: 受器 (容量约 200 ml)
- E: 水蒸汽导入管 (内径约 8 mm)
- F: 附有弹簧夹的橡皮管
- G: 温度计

操作

(1) 试验溶液的操作

精确称取相当于含氟 100~300 μg 的试料，用水 20~30 ml 洗入蒸馏烧瓶 A 中，加入玻璃珠 8~12 个，稀释过的精制硫酸 50 ml，及对应于试料中氯离子量以上的硫酸银，混合之。然后，将事先用水蒸汽导入管 E 通水蒸汽洗过的蒸馏装置和 A 连结。在受器 D 中约放入水 20 ml，将冷却器 C 的下端浸入 D 中。

将 A 加热，待液体温度升至 130°时，关闭螺旋夹使橡皮管紧闭，即从水蒸汽发生器 B 通入蒸汽。同时调节加热，使 A 中的液体保持温度 140 \pm 5°，当蒸馏液达到 170~180 ml 时，停止蒸馏，将蒸馏液转移到量筒中，用少量水洗涤 D，将蒸馏液和洗液合并，加水至 200 ml，作为试验溶液。

(2) 定量操作

取试验溶液和氟标准液各 20 ml，各加入 50 ml 量筒中，各加氟试验法用茜素配位酮 (Alizarin-Complexon) 试液 1 ml，硝酸镧试液 1 ml，pH 5.2 的醋酸-醋酸钠缓冲液 5 ml，丙酮 20 ml 和水至 50 ml，很好混合后放置 1 小时，在波长 620 nm 测定其消光度。

另外，取水 20 ml 放入 50 ml 量筒中，和试验溶液相同的操作配制对照液，作为对照。

$$\text{氟 (F) 的含量} = \frac{A \times 200}{A_s \times \text{试料重量 (g)}} \mu\text{g}$$

A: 关于试验溶液所得呈色度的消光度;

A_s: 关于氟标准液所得呈色度的消光度。

38. 沸点测定法和蒸馏试验法

液体的沸点和在规定温度液体的馏出量,按照下面的第1法、第2法或第3法测定。沸点以最初馏出5滴馏出液时的沸点作为最低沸点。最后的液体在烧瓶底部蒸发出来时的沸点,为最高沸点。

蒸馏试验,除另有规定以外,是试验在规定温度范围馏出液的容量,进行测量。

第1法

装置 如图1所示。

A: 为温度计,测定温度不到200°时,用1号或2号温度计,200°以上用3号温度计

B: 为辅助温度计,使用1号温度计,其水银球放在温度计A露出部分水银柱的中央部位,对温度进行校正

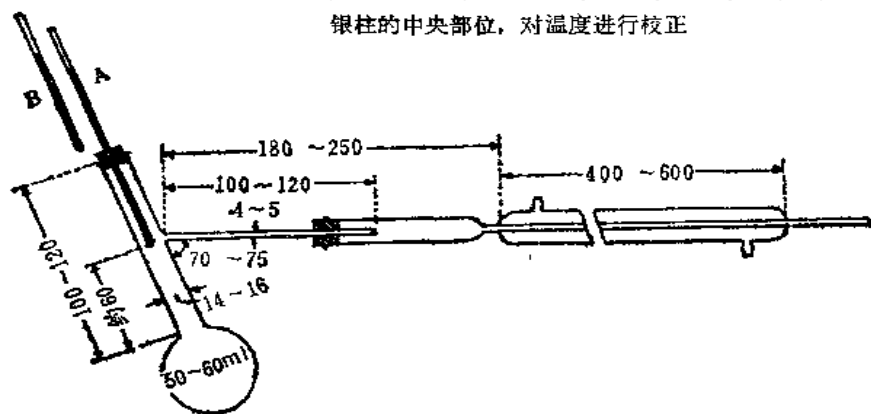


图1 (数字为 mm 数)

操作

取试料 25 ml, 放入蒸馏烧瓶内, 加入沸石 2~3 颗, 水银温度计的上端插至馏出口的中央部位, 将烧瓶球部置石棉板上, 将馏出管和冷却器连结, 然后将烧瓶加热, 除了另有规定以外, 测定温度不到 200°时, 1 分钟馏出 4~5 ml, 200°以上 1 分钟馏出 3~4 ml, 按此速度控制馏出速度。

将温度计的露出部分和气压对测定温度进行校正, 各按以下二式进行。

对温度计的露出部分水银柱, 进行测定温度的校正

$$T_1 = t + 0.00015(t - t_1)N$$

T_1 : 对温度计露出部分进行校正后的温度;

t : 温度计所示的温度;

t_1 : 辅助温度计所示的温度;

N : 温度计露出部分水银柱的度数, 从塞子上端起计数。

对气压进行的温度校正

$$T = T_1 + 0.00012(760 - P)(273 + T_1)$$

t' : 校正后的温度;

P : 测定时的气压。

第 2 法

装置

使用与第 1 法相同的装置, 但蒸馏瓶的内容量为 200 ml, 颈的直径为 18~24 mm, 附有内径为 5~6 mm 的馏出管, 温度计和辅助温度计, 与第 1 法相同。

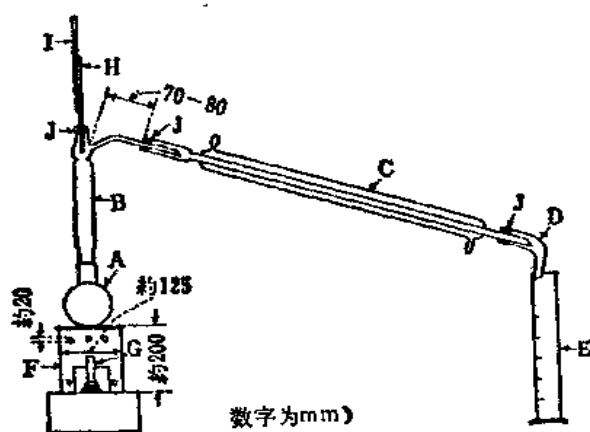
操作

用刻度精确至 1 ml 的量筒量取试料 100 ml, 测定液温以后, 投入蒸馏烧瓶中, 量筒不必洗涤, 作为接受器, 同第 1 法一样进行蒸馏。当馏出液温度与以前测量液温时的温度相同时, 计量馏出液的容积。

对于在 60°以下开始馏出的液体, 必须事先将试料冷却至 10~15°, 然后再测定容量, 冷却管上需用接头连接, 接头的先端, 插入量筒的塞中, 此外, 在塞上需开小孔, 以排出空气。在蒸馏中, 量筒从上端起 25 mm 以下的部分, 需采取冰冷措施。

第 3 法

装置 如图所示。



数字为mm)

图 2

A: 蒸馏烧瓶, 容量约 200 ml, 硬质玻璃制, 如图 3 所示

B: 分馏管, 壁厚约 1 mm, 硬质玻璃制, 如图 4 所示

C: 冷却器, 硬质玻璃制, 如图 6 所示

D: 接头, 硬质玻璃制, 如图 5 所示

E: 量筒, 100 ml, 刻度精细至 1 ml

F: 架台

G: 喷灯

H: 温度计

I: 辅助温度计, 与第 1 法相同, 水银球靠 H 水银柱露出部分的中央

J: 木塞或磨口塞

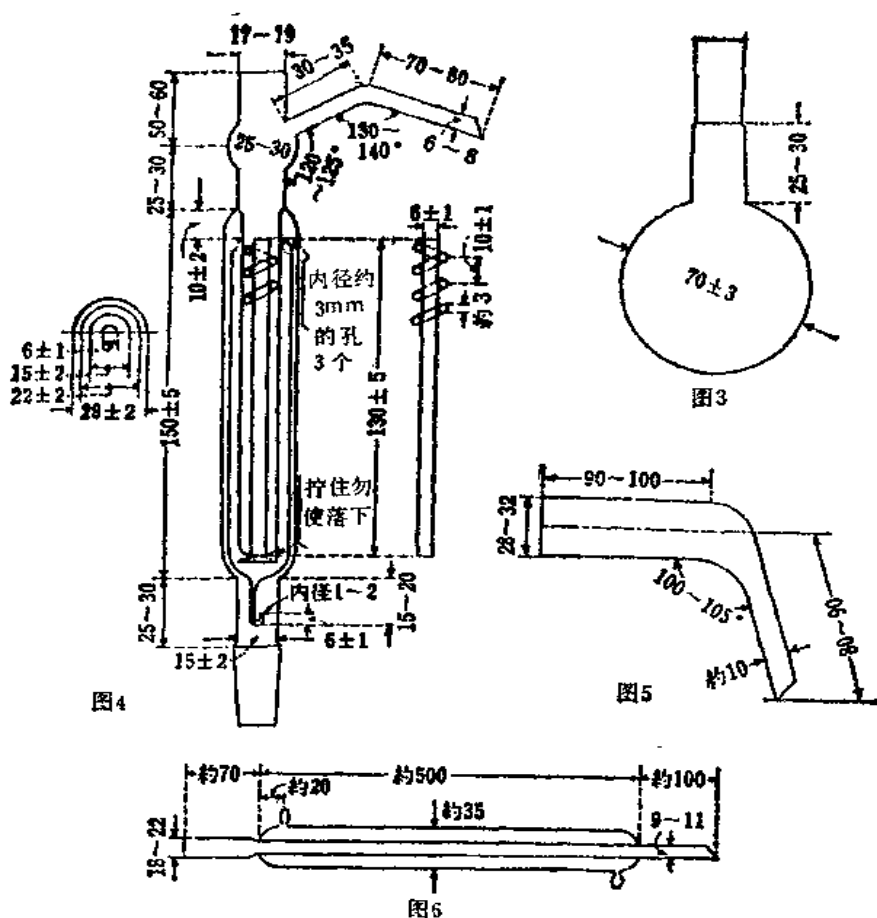


图3~图6 (数字为 mm)

玻璃器具，必需干燥后使用，接受器 D 的先端，要和量筒 E 的器壁接触，蒸馏烧瓶 A 内，放入沸石或毛细管，蒸馏烧瓶和分馏管 B（除侧管以外）要用石棉绳或玻璃棉保温。

操作

和第 2 法同样操作，蒸馏烧瓶加热调节到在加热开始 10 分钟后开始蒸出，然后，以每分钟蒸出 3~4 ml 的速度调节加热。

39. pH 测定法

pH 测定时，使用玻璃电极 pH 计。pH 的基准，使用如下的标准缓冲液。pH 值的正确度在 ± 0.02 以内。

标准缓冲液

调制标准缓冲液的水，需用精制水蒸馏，再将蒸馏过的水煮沸 15 分钟以上，除去二氧化碳后，装上碳酸钠管后冷却。标准缓冲液要保存在硬质玻璃瓶中或聚乙烯瓶中。酸性标准液，在 3 个月之内使用，碱性标准液，装上碳酸钠管后保存，在 1 个月内使用。

草酸盐缓冲液：将四草酸钾[pH 测定用， $\text{KH}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]粉碎至微粉末状态，

置于干燥器（硅胶）中干燥后，正确称取 12.07 g (0.05 M)，正确加水至 1000 ml。

邻苯二甲酸盐缓冲液：将邻苯二甲酸氢钾（pH 测定用）粉碎至微粉末，在 110°干燥 2 小时以上，正确称取 10.22 g (0.05mol/L)，正确加水至 1000 ml。

磷酸盐缓冲液：将磷酸二氢钾（pH 测定用）和无水磷酸氢二钠（pH 测定用）粉碎至微粉末，在 110°干燥 3 小时以上，正确称取磷酸二氢钾 3.40 g (0.025 mol/L) 和磷酸氢二钠 3.55 g (0.025 mol/L)，正确加水至 1000 ml。

硼酸盐缓冲液：将硼酸钠（pH 测定用）放于干燥器（润湿溴化钠）中，达到恒量后，正确称取 3.81 g (0.01 mol/L)，正确加水至 1000 ml。

碳酸盐缓冲液：将碳酸氢钠（pH 测定用）放于干燥器（硅胶）中，碳酸钠在 300°干燥，各达到恒量后，取碳酸氢钠 2.10 g (0.025 mol/L) 和碳酸钠 2.65 g (0.025 mol/L) 正确称量后，正确加水至 1000 ml。

氢氧化钙缓冲液：将氢氧化钙（pH 测定用）粉碎至微粉末，取其 5 g 置于烧瓶中，加水到 1000 ml，在很好搅拌混合后，调温至 23~27°，充分饱和后，将该温度时的上面澄清液过滤，得透明滤液（约 0.02 mol/L）作为缓冲液。

这些缓冲液在各温度时的 pH 值，如下表所示。在此表上没有的温度，其 pH 值通过表值用内插法求取。

标准缓冲液的 pH 值

温 度	草酸盐缓冲液	邻苯二甲酸盐缓冲液	磷酸盐缓冲液	硼酸盐缓冲液	碳酸盐缓冲液	氢氧化钙缓冲液
0°	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07		11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01		11.70
60	1.73	4.09	6.84	8.96		11.45

pH 计的构造

pH 计，通常由玻璃电极、标准电极、及温度补偿用感温部件等检出部，以及指示检出 pH 的指示部分组成。指示部有零点调整和旋钮。如果没有温度补偿用感温部，则有温度校正旋钮。

pH 计，按照以下操作法，将检出部用磷酸盐缓冲液浸 5 分钟以上，调整后，在等温度下测定邻苯二甲酸盐缓冲液和硼酸盐缓冲液的 pH 时，其测定值与表中所列的 pH 值之误差，各在 ±0.05 以内。

操作

先将玻璃电极，预先浸入水中或碱性缓冲液中数小时以上，插上 pH 计的电源，经过 10 分钟以后使用。检出部用水很好洗涤，将附着的水，用滤纸等轻轻拭去。如有温度

校正旋钮，则将旋钮调至与标准缓冲液相同的温度，浸入与检出部试料 pH 值接近的标准缓冲液中，经过 2 分钟以后，用零点调整用旋钮，调 pH 计的指针，达到标准缓冲液在此温度时的 pH。然后将检出部再用水很好洗涤，并将附着的水用滤纸等轻轻拭去后，浸入试验溶液中，经 2 分钟以上，读取 pH 值。

操作注意事项

测 pH 为 11 以上含碱金属离子的溶液时，要使用对碱金属离子误差小的电极，并进行必要的温度校正。但是，这种测定误差，可能达到 pH 0.1~0.5。

试验溶液的温度，应注意和标准缓冲液的温度相等。如果误差在 1°以上，需用温度校正旋钮或温度补偿用感温部校正。即使校正后，其测定误差在 0.1 以上也是有的。特别是测定碱性溶液，误差比较大需引起注意。

40. 水可溶物试验法

水可溶物试验法，是测定试料中溶于水的物质的量的试验方法。

操作

除了另有规定以外，精确称取试料约 5 g，加入水约 70 ml，加热煮沸 5 分钟。冷却后，加水至 100 ml，搅拌混合后过滤。弃去最初的滤液约 10 ml，然后正确量取滤液 40 ml，在水浴上蒸发至干涸，在 105~110°干燥 1 小时后，精确称取其重量。

41. 甲醇和丙酮试验法

甲醇和丙酮试验法，是测定试料中混入的甲醇和丙酮，是否超过许可限量的试验方法。

甲 醇

操作

准确量取试料 1 ml，加水至正好 20 ml，作为试验溶液。在另外两试验管中，分别各取试验溶液和甲醇标准液，正确各量取 5 ml，在各试验管中各加高锰酸钾试液 2 ml。放置 15 分钟后，加草酸-硫酸试液 2 ml 脱色。然后，在各试验管中，各加品红亚硫酸试液 5 ml，摇动混合，在常温下放置 30 分钟，试验溶液的呈色，不得深于甲醇标准液的呈色。

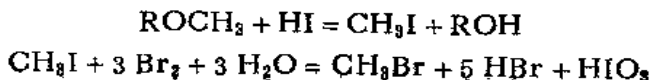
丙 酮

操作

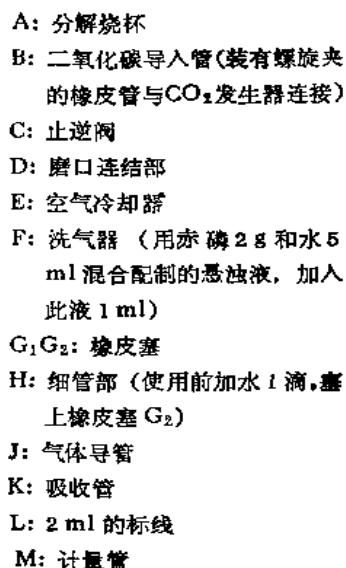
正确量取试料 1 ml，加氢氧化钠溶液 (1→6) 1 ml 和硝普酸钠试液 2 滴时，液体不呈红色。但是，若液体即使呈红色，加醋酸 1.5 ml 时，不变为紫色。

42. 甲氧基定量法

甲氧基定量法，是在试料中加碘化氢，煮沸后生成碘甲烷，用溴氧化后，生成碘酸，再用硫代硫酸钠液定量的方法定量。



裝置 如图所示。



除另有规定以外,用计量管 M 取试料相当于含甲氧基(CH_3O ; 31.03)约 0.65 mg 的试料量,用微量化学计量法精密计量,将它加入分解烧瓶中。在其中,加入苯酚 20 mg 和醋酐 4~5 滴,加温溶解。

在 A 的底部用微量喷灯加热，碘化氢差不多在 E 的中央回流，煮沸约 30 分钟，在不断通入 CO_2 的情况下放冷，冷却后，停止通 CO_2 ，将 K 取下使其液面脱离 J，拔下橡皮塞 G₂，将 J 的内外用水洗入 K 中。

436

子，放置 2 分钟。将游离出来的碘，用 0.01 N 硫代硫酸钠液滴定（指示剂：淀粉试液 1 ml）。用同样方法进行空白试验以作校正。

0.01 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 0.05172 mgCH₃O

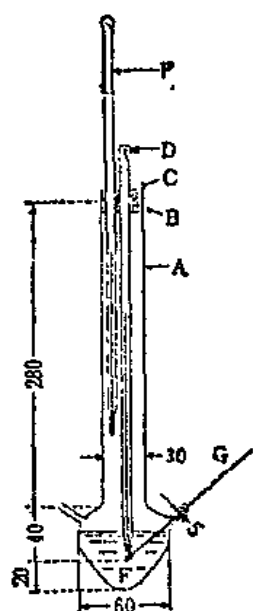
但是，此试验用的试液，在空白试验时，0.01 N 硫代硫酸钠液消耗量，不得高于 0.1 ml。

43. 熔点测定法

熔点测定，按照下面的第 1 法、第 2 法或第 3 法测定。有时要测定干燥后的熔点，则根据干燥减量项的条件，进行干燥以后，再测定。

第 1 法

装置 如图所示的装置。



A: 测定管
B: 软木塞
C: 通气孔
D: 温度计
E: 辅助温度计

F: 浴液

G: 毛细管（硬质玻璃制，长度 120 mm，内径 0.8~1.2 mm，壁的厚度 0.2~0.3 mm）

浴液：根据试料熔点的高低而定，可用以下物质。

熔点在 250°以下时，可用硫酸、流动石蜡或硅油。熔点在 250°以上时，可用硫酸和硫酸钾的混合物（3:2）或硅油。

温度计：熔点在 120°以下时，可用 1 号温度计，120~220°时用 2 号温度计，220°以上时用 3 号温度计。

辅助温度计：使用 1 号温度计，其水银球置于液面和温度计示度（熔点）的中央部位。

操作

将试料粉碎至微细粉末，除另有规定以外，放入干燥器（硅胶）中干燥 24 小时。将此试料装入干燥后的毛细管 G 中，在表面玻璃上垂直放置一根长约 700 mm 的玻璃管，使毛细管在玻璃管内垂直落下，在弹跳过程中将微细粉末装实，待层厚达到 2.5~3.5 mm 为止。

将测定管 A 加热至比预计熔点低 30°的温度，把装好试料的 G 沿 A 的侧管送入，使装有试料的部分进入温度计水银球的中央。然后以每分钟上升 3°的速度加热，待温度上升至比预计熔点低 5°时，降低加热速度，约以每分钟上升 1°的速度继续加热。

当试料在 G 内液化，达到见不到固体的时候，记下温度计 D 的读数 t 和辅助温度计 E 的读数 t' ，用下式求出熔点 T 。

$$T = t + 0.00015(t - t')(t - t'')$$

t'' ：为读好 t 的读数时，液面的温度计度数，此点若无刻度，则用外插法求之。

第2法

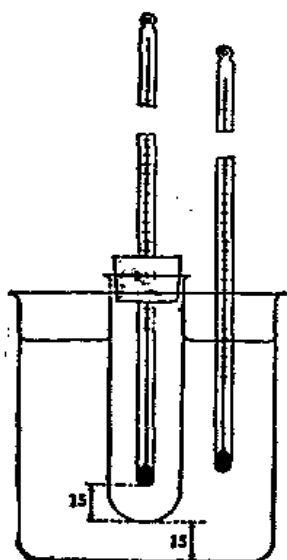
将试料小心加热尽可能在低温熔解。注意勿使气泡进入毛细管，使用长度约120 mm 两端开放的毛细管吸入试料至高度约10 mm。不使试料从毛细管中流出，将毛细管在10°以下放置24小时，再在冰冷状况下放置2小时以上。将试料的位置用橡皮圈固定在温度计（1号温度计）水银球的中央外侧，放入装有水的250 ml 烧杯中，使试料上端在水面下10 mm 的位置，将水不断搅拌加温，到达比预计熔点低5°的温度时，减慢加热速度以每分钟上升1°的速度继续加热。当毛细管中的试料浮上时，读取温度计温度，作为熔点。

第3法

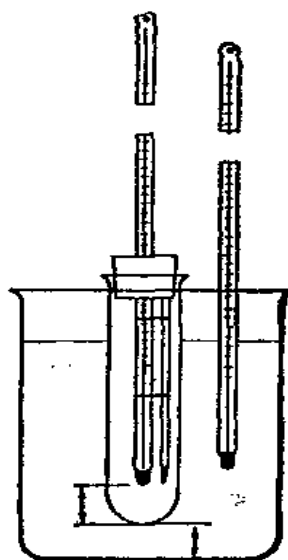
将试料慢慢加热，并在搅拌混合下加热至90~92°为止，使试料熔解。停止加热，将试料冷却至比熔点约高8~10°的温度。然后将测定凡士林熔点用温度计（日本工业规格B 7410 规定）冷却至5°以后，用滤纸吸去水分后的水银球，以一半插入试料中并立即拔出，保持垂直放冷。当附着的试料产生混浊时，浸入16°以下温度的水中5分钟。然后，将温度计插入试验管（25×100 mm）中，使温度计下端与试验管底间的距离保持15 mm，并用软木塞将温度计固定。再将此试验管放入装有16°水的500 ml 烧杯中，使试验管底部至烧杯底之间的距离固定为15 mm。然后加热，使水浴温度上升，以每分钟2°的速度达到30°，然后，以每分钟上升1°的速度继续加热。读取试料有1滴从温度计上离去时的温度。这种试验需进行3次，测定误差在1°以下者，取其平均值，作为熔点。若测定误差在1°以上，测定进行5次取其平均值，作为熔点。

第4法

注意使试样尽可能在低温下溶解，并注意泡沫不可入内，使试样吸进两端敞开长约为120 mm 的毛细管中，吸入高度约为10 mm。保持试样不从毛细管中流出，且在10°以下放置24小时，或冰冷24小时以后，试样的位置在水银球中央的外侧，用橡皮圈装配在



第3法的装置图



第4法的装置图

温度计（温度计 1 号）上。将此温度计顺着试管（25×100 mm）放入，用软木塞固定温度计，并使温度计的下端和试管底之间的距离为 15 mm。再将此试管固定在烧杯中，使试管底与烧杯底间的距离也为 15 mm 高，烧杯为 500 ml，已注入 16° 的水，其浴温比预估熔点低于 5° 时需加热。其次加热时每分钟提高 1°。测定毛细管内的试样液化并呈透明时的温度。重复同一试验三次，测定值的差不高 1° 时取其平均值，若超过 1° 时重复 5 次测定，取其平均值作为熔点。

44. 碘价测定法

碘价是按按下法测定试料，是将试料 100 g 中结合的卤素的量换算为碘后的克数。

操作

除另有规定以外，根据试料的碘价，在小玻璃器中精确称取如下表中所示的试料量，一起投入 500 ml 碘瓶中，加四氯化碳 10 ml 使试料溶解，正确量取一氯化碘试液 25 ml，加入后摇荡混合。如液体还未透明时，则补加四氯化碳，密闭避光，在 20~30° 放置 30 分钟，并时时摇荡混合。然后，加碘化钾溶液（1→10）20 ml 和水 100 ml，振荡混合后，将游离出来的碘，用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定（指示剂：淀粉试液 1 ml）。用同样的方法进行空白试验。

$$\text{碘价} = \frac{(a - b) \times 1.2690}{\text{试料重量 (g)}}$$

a: 空白试验 0.1 N 硫代硫酸钠液的消耗量 (ml);

b: 用试料时 0.1 N 硫代硫酸钠液的消耗量 (ml)。

碘 价	试料的量 (g)
30 以下	1.0
30~50	0.6
50~100	0.3
100~150	0.2

操作注意事项

碘价 100 以上的试料，放置时间由 30 分钟改为 1 小时。

45. 硫酸盐试验法

硫酸盐试验法，是测定试料中混入的硫酸盐是否超过规定的限度。其限度以硫酸盐（以 SO₄ 计）的重量百分率（%）表示。

操作

除另有规定者外，根据各条规定量，取试料放入纳氏管中，加水 30 ml 溶解。加入稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml，作为试验溶液。另外，取各条规定量的 0.01 N 硫酸，加入稀盐酸 1 ml 和水至 50 ml，作为比较液。此时，若试验溶液不透明，则两液在同样条件下进行过滤。两液各加氯化钡试液 2 ml，振荡混合后，放置 10 分钟，用黑色背景，

在纳氏管上方和侧面观察，比较混浊的程度，试验溶液的混浊度不得浓于比较液的混浊度。

操作注意事项

此试验和试验溶液调制用的试药和试液，在空白试验时不混浊或几乎不混浊，才能使用。

46. 硫酸呈色物试验法

硫酸呈色物试验法，是试验试料中含有的微量不纯物，这种不纯物容易被硫酸着色。

操作

除另有规定外，按照如下的方法操作。

使用浓度 94.5~95.5% 的硫酸，纳氏比色管在使用前用硫酸很好洗涤。

试料若为固体，则先将纳氏管加入硫酸至 5 ml 的标线，将试料粉碎为粉末，根据各条所规定的量，每次加入少量，用玻棒搅拌至完全溶解。

试料若为液体，则根据各条所规定的量，加入纳氏比色管中，再加硫酸至 5 ml 的标线，摇荡混合。在此期间，放出热量使温度升高，则需冷却。对于温度有影响的物质需保持在标准温度，放置 15 分钟以后，将液体在白色背景下比色。和各条规定的放入纳氏比色管中的颜色比较液，从侧方进行比色。

对于试料和硫酸一起加热有所规定的场合，则将试料和硫酸加入纳氏比色管后，按规定方法加热后，再进行比色。

47. 滤纸色谱法

当滤纸用适当溶媒浸透时，滤纸上的物质，随着溶媒，以固有的移动率进行移动。利用这种现象进行的混合物分离方法，叫做滤纸色谱法。用于物质的确认试验和纯度试验等。

第 1 法

在宽幅 20~30 mm、长度 400 mm 的滤纸的下端约 50 mm 处，用铅笔划横线，以横线的中央为原点，在这点根据各条规定方法调制的规定量的试验溶液，用微量移液管或毛细管作斑点，然后风干。

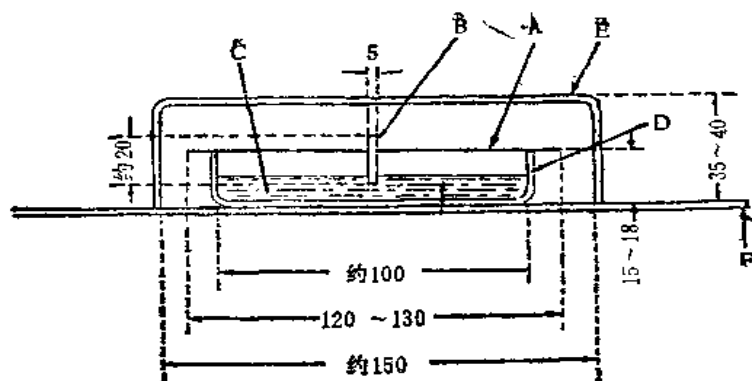
展开用容器中事先加有展开溶媒，用蒸汽饱和后搁置高度约 500 mm，将此滤纸放入，注意不要触及器壁吊起来，至距下端约 10 mm 为止，浸入器底展开用溶媒中，将容器密闭，使溶媒自然地由滤纸浸透。

当溶媒从原点上升至规定的距离时，将滤纸从密器取出，立即在溶媒的先端位置打好记号，风干以后，在自然光下，必要时在紫外线下，观察由物质产生的斑点的颜色和位置。

$$R_f = \frac{\text{从原线至斑点中心的距离}}{\text{从原线至溶媒先端的距离}}$$

第 2 法

装置 如图所示。



- A: 色谱用圆形滤纸(直径 120~130 mm)
 B: 圆筒形滤纸
 C: 展开用溶媒
 D: Petri 皿
 E: 密闭用玻璃容器
 F: 玻璃板

从色谱用圆形滤纸 A 的中心用铅笔画半径 10 mm 的圆，在此线上，根据各条规定方法配制试验溶液和对照液及其规定量，各用微量移液管或毛细管，作斑点后风干。制作斑点时，将试验溶液的斑点和对照液的斑点，交互等距离间隔，使用总数为 6~8 个。

然后，在此滤纸的中心，开一个直径 5 mm 的孔，用圆筒形滤纸 B 插入，使溶媒吸引上升。将圆形滤纸 A 水平地装于加有规定的展开用溶媒 C 的 Petri 皿 D 中，圆筒形滤纸的下端约有 5 mm 浸在溶媒中，在气密的容器中放置。当溶媒到达规定的距离时，将滤纸从容器中取出，风干后，在自然光下，必要时可在紫外线光下，观察由物质产生的斑点的颜色和位置。

第 三 部 分

溶液及计量用器



(一) 比 色 液

比色液的配制，是根据下面的表，正确量取各个颜色的比较原液混合，加水至 5 ml 的标线，摇荡混合后配制出来的。但是，比较原液 (1)~(3) 是按照以下方法配制后，保存于通用塞的瓶子中。

(1) 氯化钴色的比较原液

将氯化钴 65 g 用盐酸 25 ml 和水溶解，配成 1000 ml。正确量取此液 5 ml，置于 250 ml 碘瓶中，加过氧化氢试液 5 ml 和氢氧化钠溶液 (1→5) 15 ml，煮沸 10 分钟。冷却后，加碘化钾 2 g 和稀释硫酸 (1→4) 20 ml，沉淀溶解后，游离的碘用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂：淀粉试液 1 ml)。

$$0.1 \text{ N 硫代硫酸钠液 } 1 \text{ ml} = 23.793 \text{ mgCoCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$$

从滴定所得的数值，配成 1 ml 中含 59.5 mg 的氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$; 237.93)，加入稀释盐酸 (1→40) 配制成比较原液。

比色液记号	氯化钴色的比较原液(ml)	氯化铁色的比较原液(ml)	硫酸铜色的比较原液(ml)
A	0.1	0.4	0.1
B	0.3	0.9	0.3
C	0.1	0.6	0.1
D	0.3	0.6	0.4
E	0.4	1.2	0.3
F	0.3	1.2	0
G	0.5	1.2	0.2
H	0.2	1.5	0
I	0.4	2.2	0.1
J	0.4	3.5	0.1
K	0.5	4.5	0
L	0.8	3.8	0.1
M	0.1	2.0	0.1
N	0	4.9	0.1
O	0.1	4.8	0.1
P	0.2	0.4	0.1
Q	0.2	0.3	0.1
R	0.3	0.4	0.2
S	0.2	0.1	0
T	0.5	0.5	0.4

(2) 硫酸铜色的比较原液

将硫酸铜 65 g 溶于盐酸 25 ml 和水，配成 1000 ml。准确量取此液 10 ml，加入碘瓶中，加入醋酸 4 ml 和碘化钾 3 g，将游离出来的碘，用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂：淀粉试液 1 ml)。

$$0.1 \text{ N 硫代硫酸钠液 } 1 \text{ ml} = 24.968 \text{ mgCuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$$

从滴定所得的数值，配成 1 ml 中含 62.4 mg 的硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$; 249.68)，加稀盐酸 (1→40) 配制比较原液。

(3) 氯化铁色的比较液

将氯化铁 55 g 溶于 25 ml 盐酸和水, 配成 1000 ml。正确量取此液 10 ml, 加于碘瓶中, 加水 15 ml 和碘化钾 3 g, 密塞后, 放置暗处 15 分钟后, 加水 100 ml, 将游离出来的碘, 用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定 (指示剂: 淀粉试液 1 ml)。

0.1 N 硫代硫酸钠液 1 ml = 27.030 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

从滴定所得的数值, 配成 1 ml 中含 45.0 mg 的氯化铁 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, 270.30), 加稀释盐酸 (1→40) 配制比较原液。

(二) 试剂·试液

锌 Zn[1 级]

切削过的或加工成棒状、板状、粒状以及砂状等。

锌 (标准试剂) Zn[容量分析用标准试剂, 锌]

锌, 无砷的锌 Zn[锌, 无砷]

用约 800 μm 的锌。

锌粉 Zn[1 级]

锌汞合金, 液状

将 10 g 粒状锌加入 500 g 水银中, 然后再加少量稀硫酸 (2→100) 覆盖其表面, 于水浴中边加热边不断搅拌混匀, 使锌溶解后再冷却。

亚硝酸钾 KNO_2 [特级]

亚硝酸钴钠 $\text{Na}_2\text{CO}(\text{NO}_2)_6$ [钴亚硝酸钠, 特级]

亚硝酸钴钠试液

10 g 亚硝酸钴钠加水溶解, 配成 50 ml 溶液, 过滤。使用时配制。

亚硝酸钠 NaNO_2 [特级]

亚硝酸钠试液

10 g 亚硝酸钠加水溶解, 配成 100 ml 溶液。使用时配制。

抗坏血酸 [化妆品原料标准]

乙醛 CH_3CHO [1 级]

丙酮 CH_3COCH_3 [特级]

丙酮 (非水滴定用)

在丙酮中每次加入少量高锰酸钾摇动混合, 存放 2~3 日待紫色不消褪后再蒸馏。于蒸馏液中加入新烧制的无水碳酸钾脱水, 装上分馏管, 遮蔽湿气蒸馏, 收集 56° 的馏分。

苯胺 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$ [特级]

4-氨基安替比林 $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}$ [特级]

戊醇 $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$ [异戊醇, 特级]

茜素 S $\text{C}_{14}\text{H}_5\text{O}_2(\text{OH})_2\text{SO}_3\text{Na} \cdot \text{H}_2\text{O}$ [茜素 S (茜素磺酸钠), 特级]

变色范围 pH (黄) 3.7~5.2 (橙红色)。

茜素 S 试液

0.1 g 茜素 S 加水溶解，配成 100 ml 溶液，过滤。

茜素络合酮 $C_{19}H_{15}O_8N$ [1, 2-二羟基蒽醌-3-甲基胺-*N,N*-二醋酸]

本品为黄褐色粉末，不溶于乙醇、醚等有机溶剂而溶于水，在 pH 4.5 以下呈黄色至黄红色，pH 6~10 时呈现红色，pH 13 以上时呈蓝紫色。

灼烧残留分：1% 以下（第 1 法，0.2 g）。

茜素络合酮试液

0.390 g 茜素络合酮用 20 ml 新配制的氢氧化钠溶液（1→50）溶解，再加 80 ml 水和 0.2 g 醋酸钠溶解后，加入 1 N 盐酸调整 pH 至 4~5，加水定容至 1000 ml，避光保存。

茜素络合酮试液，氟试验法用

准确称取茜素络合酮 0.385 g 加入 10 ml 水和尽量少许的氢氧化钠溶液（1→10）溶解，加入 0.1 N 盐酸注意使溶液颜色从紫色变为红色时为止，再加水定容至 100 ml，并避光保存。

亚硫酸 H_2SO_3 [亚硫酸水，1 级]

含 SO_2 6% 以上，置冷处密闭保存。

亚硫酸氢钠 $NaHSO_3$ [1 级]

亚硫酸氢钠试液

10 g 亚硫酸氢钠加水溶解，配成 30 ml 溶液，使用时配制。

亚硫酸钠 $Na_2SO_3 \cdot 7 H_2O$ [特级]

亚硫酸钠，无水 Na_2SO_3 [特级]

亚硫酸钠试液，中和

30 g 无水亚硫酸钠溶解于 100 ml 水中，然后加 2 滴酚酞试液，用醋酸中和。

亚硫酸钠试液，铅试验法

15 g 亚硫酸钠加水配成 100 ml 溶液，使用时配制。

碱性蓝四唑酮试液

见蓝四唑酮试液，碱性。

偶氮砷 III $C_{22}H_{16}As_2N_4Na_2O_{12}S_2$

为暗红色粉末，易溶于水和氢氧化钠溶液，几乎不溶于丙酮。

感度：0.5 ml 本品水溶液（1→1000）加水和乙醇各 50 ml，当加入 0.01 N 高氯酸钡溶液 0.1 ml 时呈现蓝紫色，再加入 0.01 N 硫酸 0.2 ml 则转变为红色。

偶氮砷 III 试液

0.1 g 偶氮砷 III 加水溶解，配成 50 ml 溶液。

安息香酸 C_6H_5COOH [特级]

蒽酮 $C_{14}H_{10}O$ [特级]

蒽酮试液

35 g 蒽酮加 100 ml 硫酸溶解。

氨-氯化钠缓冲液

见氨-氯化铵缓冲液, pH 10.7。

氨-氯化铵缓冲液, pH 8.0

10.7 g 氯化铵加水溶解配成 100 ml 溶液, 加入稀释了的氨试液 (1→30), 调整 pH 为 8.0。

氨-氯化铵缓冲液, pH 10.0

70 g 氯化铵加水溶解, 加入浓氨水 100 ml, 随后加水定容至 1000 ml, 滴加浓氨水, 调整 pH 至 10.0。

氨-氯化铵缓冲液, pH 10.7

67.5 g 氯化铵加水溶解, 加入浓氨水 570 ml, 然后加水配成 1000 ml 溶液。

氨-氯化铵缓冲液, pH 11.0

53.5 g 氯化铵加水溶解, 加浓氨水 480 ml, 然后加水配成 1000 ml 溶液。

氨试液 (10%)

浓氨水 400 ml 加水配成 1000 ml 溶液。

氨水[日本药典]

氨水, 浓 NH_4OH [氨水, 相对密度 0.900, 特级]

定量本品时, 含有 28.0~30.0% 氨 (NH_3 ; 17.03)。

铵试验法用次氯酸钠试液

见次氯酸钠试液, 铵试验法用。

硫 S[1 级]

靛红 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ [特级]

靛红试液

0.1 g 靛红加 20 ml 硫酸溶解。

异丁醇 $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$ [异丁醇, 特级]

异丙醇 $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$ [异丙醇, 特级]

异丙醇, 维生素 A 定量用

用水作对照液, 在层长 10 mm 测定消光度时, 在波长 300 nm 和 320~350 nm 其消光度分别为 0.05 以下和 0.01 以下。必要时蒸馏精制。

异丙醚 $(\text{CH}_3)_2\text{CHOCH}(\text{CH}_3)_2$

为无色透明液体, 有特殊气味, 不与水混合。

氯化碘试液

将 7.9 g 三氯化碘和 8.7 g 碘分别放入烧瓶, 加入冰醋酸溶解, 将两液混合, 再加冰醋酸至 1000 ml。

氯化铅 PbO [特级]

溴化碘 IBr

为黑紫色结晶性粉末, 有如溴样的刺激性气味。

溴化碘试液

20 g 溴化碘加冰醋酸溶解成 1000 ml。或 13.2 g 碘加冰醋酸, 必要时加温溶解配成 1000 ml 溶液。取 20 ml 该溶液用 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定, 求碘的含量。

在剩余的碘-冰醋酸溶液里加入相当于碘当量的溴，充分摇动混合。密塞于暗处保存。

0.1 N 硫代硫酸钠溶液 $1\text{ ml} = 12.690\text{ mgI} = 7.990\text{ mgBr}$

靛蓝胭脂红 $\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2(\text{SO}_3\text{Na})_2$ [特级]

靛蓝胭脂红试液

0.18 g 靛蓝胭脂红加水溶解，配成 100 ml 溶液。配制后两个月内使用。

稀乙醇

见乙醇，稀释。

稀精制硫酸

见精制硫酸，稀释。

曙红 $\text{C}_{20}\text{H}_5\text{Br}_4\text{Na}_2\text{O}_5$ [曙红 Y，特级]

雌二醇标准品 $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{O}_2$ [国立卫生试验所标准品]。

乙醇 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ [乙醇 (95 V/V%) 特级]

含乙醇 94.9 V/V% 以上。

乙醇，稀释

所用的乙醇为无水乙醇。

乙醇-乙醚试液，中和

乙醇和乙醚等容量适量混合液里加入 3 滴酚酞试液，再加入 0.1 N 氢氧化钠溶液直至混合液呈红色为止。使用时配制。

乙醇，稀释

1 容量乙醇加入 1 容量水，含乙醇量为 47.45~50 V/V%。

乙醇，无醛

取 1000 ml 乙醇于带塞瓶中，加入用 5 ml 水溶解的 2.5 g 醋酸铅溶液，充分混合。另外将 5 g 氢氧化钠溶解于 25 ml 温乙醇中，冷却后将此溶液不搅拌而慢慢地加入上述溶液中，一小时后强烈地摇混这种溶液，放置一夜，取其上清液蒸馏。

乙醇，无水 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ [特级]

含 99.5 V/V% 以上的 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 。

乙醇，不含甲醇

准用于一般试验法的甲醇和丙酮试验法，用本品代替标准液进行甲醇试验时，是近乎无色。

乙醇，中和

适量乙醇 (95 V/V%) 加入 2 滴或 3 滴酚酞试液再加入 0.01 N 氢氧化钠溶液或 0.1 N 氢氧化钠溶液直至乙醇呈淡红色时为止。使用时配制。

乙二醇 $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ [特级]

EDTA 钙二钠 $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2\text{CaNa}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [乙二胺四乙酸钙二钠]

白色晶粒或白色粉末，无气味，稍有吸湿性。

EDTA 二钠 $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [乙二胺四乙酸二钠，特级]

乙醚 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ [特级]

乙醚，维生素 A 定量用

使用时蒸馏，头馏分和尾馏分的各 10% 分别除去。

乙醚，无水 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ [乙醚，特级]

用含水量为 0.01% 以下的乙醚。

NN 指示剂

混合 0.5 g 2-羟基-1- (2'-羟基-4'-磺基-1'-萘基偶氮) -3-萘甲酸和 50 g 无水硫酸钠，研碎成均质时再配制。

铬黑 T $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_9\text{O}_7\text{SNa}$ [1-(1-羟基-2-萘基偶氮)-5-硝基-2-萘酚-4-磺酸钠，特级]

铬黑 T 试液

0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺加甲醇溶解，配成 50 ml 溶液，一周内使用。避光保存。

铬黑 T-氯化钠指示剂

混合 0.1 g 铬黑 T 和 10 g 氯化钠，研碎成均质时再配制。

氯化锌 ZnCl_2 [特级]

乙酰氯 (芳樟醇定量用)

取 128 g 冰醋酸于 300 ml 三口烧瓶中，装置磨口滴加漏斗和回流冷却器，在冰水中边冷却边慢慢地滴加三氯化磷 100 g 后，静置 30 分钟。相继煮沸 30 分钟，当静置时内容物分成两层。慢慢地分取上清液，加入 5 g 冰醋酸以蒸馏试验法第 3 法的装置蒸馏。接受器要用附有三叉的分枝管，装置容量约为 100 ml 的烧瓶作为接受器，以便能够分取各馏分。在接受器的支管中装上氯化钙管，所有装置都用磨口配合。在 45° 以上的馏分里加入 5 g 新加热熔解的无水醋酸钠，再用同样方法蒸馏，取 50° 以上的馏分。使用时配制。

氯化铵 NH_4Cl [特级]

氯化铵试液 (2 N)

10.5 g 氯化铵加水溶解，配成 100 ml 溶液。

氯化钾 KCl [化妆品原料标准]

氯化钙 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [特级]

氯化钙试液 (1 N)

7.5 g 氯化钙加水溶解，配成 100 ml 溶液。

氯化钙，无水 [氯化钙 (干燥用)]

胆碱盐酸盐 $(\text{CH}_3)_3\text{NCl} \cdot \text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$ [特级]

硬脂基三甲基氯化铵，气相色谱用

定性、定量化妆品原料“硬脂基三甲基氯化铵”时，硬脂基三甲基氯化铵 ($\text{C}_{21}\text{H}_{45}\text{ClN}$; 348.05) 含量为 97.0% 以上。

氯化亚钴 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [特级]

氯化亚钴试液 (0.16 N)

2 g 氯化亚钴加 1 ml 盐酸和水溶解，配成 100 ml 溶液。

氯化亚锡 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [特级]

氯化亚锡试液

1.5 g 氯化亚锡加含有少量盐酸的水溶液 10 ml, 在已放进一小片锡片的带塞瓶中保存。配制后一个月内使用。

氯化亚锡试液, 酸性

8 g 氯化亚锡加 500 ml 盐酸溶解, 在带塞瓶中保存, 配制后 3 个月内使用。

氯化亚锡试液, 用于砷试验装置 C

4 g 氯化亚锡加 125 ml 盐酸溶解, 再加水配成 250 ml 溶液。在带塞瓶中保存, 配制后一个月内使用。

氯化汞 HgCl_2 [特级]

氯化汞试液 (0.5 N)

6.5 g 氯化汞加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

氯化铁 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [特级]

氯化铁试液 (1 N)

9 g 氯化铁加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

氯化铁试液, 稀释

氯化铁试液 2 ml 加水为 100 ml 溶液。使用时配制。

氯化铁试液, 酸性

5g 氯化铁加 5 ml 盐酸和水溶解, 配成 100 ml 溶液。

氯化钠 NaCl [特级]

氯化钠 (标准试剂) NaCl [容量分析用标准试剂, 氯化钠]

氯化钠试液

10 g 氯化钠加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

氯化钡 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [特级]

氯化钡试液 (1 mol/L)

12 g 氯化钡加水溶解, 定容至 100 ml。

0.01 M 氯化钡溶液

溶解 2.443 g 氯化钡于新煮沸而且冷却了的水中准确定容至 1000 ml。

氯化苄杀锍 $\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClHO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

白色结晶或结晶性粉末, 极易溶于水, 溶于乙醇、丙酮、氯仿。

熔点: 164~166°。

苯甲酰氯 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$ [特级]

氯化镁 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [特级]

甲基品红盐酸盐 $\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClN}_3$ (结晶紫) [特级]

结晶紫试液

0.1 g 结晶紫加 10 ml 冰醋酸溶解。

氯化溶菌酶定量用干燥菌体

见干燥菌体, 氯化溶菌酶定量用。

盐酸 HCl [特级]

本品定量时, 氯化氢(HCl; 36.46)含量 35.0~38.0%。

盐酸, 稀释(10%)

23.6 ml 盐酸加水, 配成 100 ml 溶液。

盐酸试液(0.2 N)

加水于 18 ml 盐酸中, 稀释成 1000 ml。

盐酸试液(6 N)

540 ml 盐酸加水, 定容至 1000 ml。

盐酸试液(2 N)

180 ml 盐酸加水, 定容至 1000 ml。

盐酸试液(1 N)

90 ml 盐酸加水, 定容至 1000 ml。

盐酸吡啶黄素 $C_{14}H_4ClN_3 \cdot HCl$

本品为深红褐色结晶性粉末。

溶于水和乙醇, 几乎不溶于氯仿和乙醚。

盐酸醋酸铵缓冲液, pH 3.5

6 N 盐酸试液 45 ml 溶解 25 g 醋酸铵, 加水配成 100 ml 溶液。

盐酸 *N*-(1-萘基)-乙二胺 $NH(C_{10}H_7CH_2)CH_2NH_2 \cdot 2HCl$ [特级]

避光保存。

盐酸二氨基联苯胺 $(H_2N)_2C_6H_3(NH_2)_2 \cdot 4HCl \cdot 2H_2O$

为白色至淡黄色结晶性粉末, 易溶于水, 水溶液热时不稳定。含量: 98%以上。

定量法: 精密称取本品 0.02 g, 用氮定量法(第 1 法)进行试验。

0.01 N 硫酸 1 ml = 0.9904 mg $C_{12}H_{14}N_4 \cdot 4HCl \cdot 2H_2O$

贮存法: 装入气密避光容器里, 冷暗处保存。

盐酸羟胺 $NH_2OH \cdot HCl$ [特级]

盐酸羟胺-氢氧化钠试液

将盐酸羟胺和等量的饱和氢氧化钠溶液混合后过滤。

盐酸羟胺-百里酚酞

将 7 g 盐酸羟胺和 0.02 g 百里酚酞溶解于甲醇中, 配成 100 ml 溶液。

盐酸羟胺-溴酚蓝试液

35 g 盐酸羟胺加 40 ml 水, 加热 65° 左右溶解, 冷却后加入 15 ml 溴酚蓝-氢氧化钠试液, 再加入乙醇配成 100 ml 溶液。使用时配制。

盐酸苯肼 $C_6H_5NHNH_2 \cdot HCl$ [特级]

盐酸联苯胺 $H_2NC_6H_4 \cdot C_6H_4NH_2 \cdot HCl$ [盐酸联苯胺, 特级]

盐酸联苯胺试液

13 g 盐酸联苯胺加 100 ml 0.1 N 盐酸溶解, 加水配成 1000 ml 溶液。当溶液颜色明显时, 加入少量活性炭加热后过滤。

氯 Cl_2

是一种黄绿色有窒息性气味的气体, 比空气重, 溶于水。

将盐酸作用于漂白粉或高浓漂白粉而制取的。即使用钢瓶氯气也行。

氯酸钾 KClO_3 [特级]

氯试液

配制用氯气饱和的水溶液。几乎装满避光带塞瓶后，于冷处保存。

黄色氧化汞

见氧化汞，黄色。

王水

加 1 容量硝酸于 3 容量盐酸中。使用时配制。

2-羟基-1-(2'-羟基-4'-磺基-1'-萘基偶氮)-3-萘酸 $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{O}_7\text{N}_2\text{S}$ [特级]

正-十八烷 $\text{C}_{18}\text{H}_{38}$

为白色固体，易溶于乙醚、丙酮和己烷，不溶于水。熔点 27.6°C ，相对密度 d_{25}^{25} 0.7768

8-羟基喹啉 $\text{C}_9\text{H}_6\text{NOH}$ [特级]

8-羟基喹啉试液

将 20 mg 8-羟基喹啉溶解于 100 ml 氢氧化钠溶液 (13→100)。

辛醇 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CH}_2\text{OH}$ [正-辛醇，特级]

邻-甲基联苯胺 $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_2$ [邻-甲基联苯胺，特级]

邻-甲基联苯胺试液

0.1 g 邻-甲基联苯胺和 18 ml 盐酸在乳钵中研和，并使之溶解，加水配成 100 ml 溶液。

邻-甲苯磺酰胺 $\text{C}_7\text{H}_9\text{NO}_2\text{S}$

为无色结晶或白色结晶性粉末，稍易溶于乙醇，稍难溶于水。熔点为 $157\sim 160^\circ$ 。

对-甲苯磺酰胺：对本品的醋酸乙酯溶液 (1→5000) 按照“糖精钠”纯度试验 (6) 的操作条件进行气相色谱法测定时，见不到本品以外的峰。

水份：0.5% 以下 [4 g，溶剂是用费休 (Karl Fischer) 试剂中所用的甲醇 25 ml 及该试剂中所用的吡啶 5 ml]。

含量：换算为失水物，在 98.5% 以上。

定量法：准确称量本品约 0.025 g，以氮定量法进行测定。

1 ml 0.01 N 硫酸 = 1.7121 mg $\text{C}_7\text{H}_9\text{NO}_2\text{S}$

油酸 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$ [1 级]

油酸钾 $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOK}$ [1 级]

油酸钴试液

2 g 油酸加 25 ml 乙醇溶解，以酚酞作指示剂用 0.2 N 氢氧化钠溶液中和，蒸馏出大部分乙醇后加水配成 150 ml。产生混浊时，加足量乙醇使溶液澄清透明，然后加 30 ml 水溶解 2 g 氯化钴，加温到 60° 。将此溶液在搅拌下慢慢地加进已温热到 60° 的上述碱性皂溶液，这时溶液中产生钴皂沉淀。滤取沉淀。溶于苯中配成 1% 溶液。

海砂[特级]

高氯酸 (70%) HClO_4 [特级]

含 HClO_4 为 70~72%。

高氯酸钾 KClO_4 [特级]

高氯酸银 AgClO_4

本品为白色潮解性结晶，熔点(分解)约为 486° 。本品溶于乙醇和苯等有机溶剂中，需密塞暗处保存。

高氯酸钡 $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$

为白色粉末，溶于水。

氯化物：取本品 0.4 g 进行试验，其限度为 0.036% 以下。对照液取 0.01 N 盐酸 0.4 ml。

氯酸盐：将 2 ml 硝酸和 0.1 g 亚硝酸钠溶解于 40 ml 水中，并以此溶液溶解本品 1.0 g，煮沸 10 分钟。冷却后以此为试验溶液进行氯化物试验。对照液取 0.01 N 盐酸 1.0 ml。

双氧水，浓 H_2O_2 [双氧水 (30%)，特级]

H_2O_2 含量为 30 W/V% 以上。冷暗处保存。

双氧水试液 (3%)

9 容量水加 1 容量浓双氧水，使用时配制。

过氧化钠 Na_2O_2 [特级]

气相色谱用硬脂基三甲基氯化铵

硬脂基三甲基氯化铵，气相色谱用。

气相色谱用硅藻土

见硅藻土，气相色谱用。

气相色谱用耐火土

见耐火土，气相色谱用。

气相色谱用硬脂酸甲酯

硬脂酸甲酯，气相色谱用。

气相色谱用聚甲基硅氧烷

见聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30)，气相色谱用。

活性炭 [日本药典，药用级]

酪蛋白，乳剂[特级]

邻苯二酚 $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$ [1 级]

邻苯二酚用醋酸铅试液

见醋酸铅试液，邻苯二酚用。

咖啡因，定量用 [日本药典，无水咖啡因]

定量干燥物时，咖啡因 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$) 含量为 99.0% 以上。

辛酸，气相色谱用 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$

无色透明油状液体，稍有不愉快气味。极难溶解于水，易溶于乙醇或氯仿。

相对密度 d_4^{20} : 0.906~0.914, 折射率 n_D^{20} : 1.426~1.430。

蒸馏试验 238~242, 95V/V%以上。

高锰酸钾 KMnO_4 [特级]

高锰酸钾试液 (0.1 N)

3.3 g 高锰酸钾加水溶解, 配成 1000 ml 溶液

高锰酸钾-磷酸试液

75 ml 磷酸加水配成 500 ml 溶液, 加 15 g 高锰酸钾溶解于其中。

高碘酸 $\text{HIO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [1 级]

高碘酸试液

11 g 高碘酸加水溶解, 配成 200 ml 溶液。再加 800 ml 冰醋酸。

高碘酸钾 KIO_4 [1 级]

玻璃纤维 [玻璃棉, 特级]

过硫酸铵 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ [特级]

费休 (Karl Fiesher) 试液

63 g 碘加费休试液所用的吡啶 100 ml 溶解, 用冰冷却, 通入干燥二氧化硫, 当溶液增量到 32.3 g 时停止通入干燥二氧化硫, 加入费休试液用乙醇配成 500 ml, 放置 24 小时后方可使用。由于此溶液随时间延长而变化, 所以用时需标定。避光防潮, 阴冷处保存。

标定: 取 25 ml 费休试液用甲醇放入滴定瓶中, 边加入费休试液边注意加到下述操作法的滴定终点为止。接着, 准确量取约 50 mg 水, 尽早加入, 避免湿气, 以费休试液如前法同样地滴定到终点。按下式求出对应于 1 ml 费休试液的水 (H_2O) 的 mg 数 (f)。

$$f = \frac{\text{水}(\text{H}_2\text{O})\text{的量}(\text{mg})}{\text{费休试液的消耗量}(\text{ml})}$$

另外, 准确量取 20 ml 水-甲醇标准溶液, 按水-甲醇标准溶液的标定进行滴定, 按下式可以求出 f 值。

$$f = \frac{f^1 \times \text{水-甲醇标准液的量}(\text{ml})}{\text{费休试液的消耗量}(\text{ml})}$$

f^1 : 1 ml 水-甲醇标准溶液中水 (H_2O) 的 mg 数。

费休试液用吡啶

见吡啶, 费休试液用。

费休试液用甲醇

见甲醇, 费休试液用。

缓冲液用 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾试液

见 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾试液, 缓冲液用。

缓冲液用 0.2 mol/L 硼酸-0.2 mol/L 氯化钾试液

见 0.2 mol/L 硼酸-0.2 mol/L 氯化钾试液, 缓冲液用。

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氯钾溶液

见 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液，缓冲液用。

干燥菌体，氯化溶菌酶定量用

Micrococcus lysodeikticus ATCC 4698。

樟脑 $C_{10}H_{16}O$ [日本药典]

稀乙醇

见乙醇，稀释。

稀氯化铁试液

见氯化铁试液，稀释。

稀盐酸

见盐酸，稀释。

稀醋酸

见醋酸，稀释。

蚁酸 $HCOOH$ [特级]

稀氰化钾试液

见氰化钾试液，稀释。

稀碱式醋酸铅试液

见碱式醋酸铅试液，稀释。

基质液，氯化溶菌酶定量用

氯化溶菌酶定量用干燥菌体约 0.05 g 加 pH 6.2 磷酸盐缓冲液 60 ml。摇动混合使其成悬浊液，用水作对照，加 pH 6.2 磷酸盐缓冲液配成层长 10 mm、波长 640 nm 的透过率(T%)为 10 的溶液。

稀硝酸

见硝酸，稀释。

二甲酚橙 $C_{31}H_{32}N_2O_{18}S$

为橙红色至暗红色，潮解性粉末。易溶于水和乙醇，但难溶于氯仿或苯中。水溶液 pH 约为 6 时，颜色从黄色变为红紫色。

二甲酚橙试液

0.1 g 二甲酚橙加水溶解，配成 100 ml 溶液。

二甲苯 $C_6H_4(CH_3)_2$ [特级]

二甲苯 Cyanol FF $C_{25}H_{27}N_2NaO_7S_2$ [特级]

稀铁-苯酚试液

见铁-苯酚试液，稀释。

浓氨水

见氨水，浓 NH_4OH 。

强碱性阴离子交换树脂

浓双氧水

见双氧水，浓 H_2O_2 。

稀碘试液

见碘试液，稀释。

稀硫酸

见硫酸，稀释。

稀硫酸铁铵试液

见硫酸铁铵试液，稀释。

金属钠

见钠，金属。

柠檬酸 $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ [特级]

柠檬酸铵 $C_6H_{14}N_2O_7$ [柠檬酸二铵，特级]

柠檬酸铵试液

10 g 柠檬酸铵加水溶解配成 100 ml 溶液。

柠檬酸铵试液，铅试验法用

40 g 柠檬酸铵加水溶解，配成 100 ml 溶液。

柠檬酸钠 $C_6H_5Na_2O_7 \cdot 2 H_2O$ [特级]

乙二醛肟二酸四乙酸 $C_{14}H_{24}O_{10}N_2$

为白色或无色结晶性粉末，难溶于水，但使其成碱性时便可溶解。

结晶紫

见甲基品红盐酸盐。

结晶紫-冰醋酸试液

50 g 结晶紫溶解于 100 ml 冰醋酸中。

甘油 $C_3H_8O_3$ [特级]

姜黄纸

将已干燥了的 *Curcuma aromatica* Salisb (姜黄) 根粉末 20 g 用每次约 100 ml 的冷水浸提四次，每次静置后倾斜倒去上清液。将残留物以不超过 100° 的温度干燥，加入 100 ml 乙醇浸提几日再过滤。将滤纸浸没在这种乙醇浸提液中于洁净的空气内自然干燥而制成姜黄纸。

灵敏度：1 ml 盐酸和 4 ml 水的混合液溶解 1 mg 硼酸，将长约为 1.5 cm 的姜黄纸浸没于此溶液中，1 分钟后取出风干时，其颜色由黄色变为褐色，当以氨试液浸润时却变成墨绿色。

间-甲酸紫 $C_{21}H_{18}O_5S$

为暗绿色结晶或红褐色粉末，溶解于乙醇、甲醇和冰醋酸中，略微溶于水。

变色范围：pH 在酸性侧，(红) 1.2~2.8(黄)，在碱性侧，(黄) 7.4~9.0(紫)。

间-甲酚紫试液

0.1 g 间-甲酚紫加 100 ml 乙醇溶解。

甲酚红 $C_{21}H_{18}O_5S$

变色范围：pH (黄) 7.2~8.8 (红)。

甲酚红试液

0.1 g 甲酚红加 100 ml 乙醇溶解，过滤。

甲酚红-百里酚蓝试液

0.1 g 甲酚红和 0.3 g 百里酚蓝加水制成 400 ml 溶液，用 0.1 N 氢氧化钠溶液中
和，避光保存。

铬酸钾 K_2CrO_4 [特级]

铬酸钾试液

10 g 铬酸钾加水溶解，配成 100 ml 溶液。

铬变酸 $(HO)_2C_{10}H_4(SO_3Na)_2$ [特级]

避光保存。

铬变酸试液

0.05 g 铬变酸加 75% 硫酸 100 ml 溶解。避光保存。

氯胺 $C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$ [氯胺 T, 特级]

氯胺试液

1 g 氯胺加水溶解，配成 100 ml 溶液。使用时配制。

对-氯苯胺 $(H_2N)C_6H_4Cl$

白色~亮灰色结晶，有特异臭味，易溶于乙醇、乙醚和丙酮。

熔点：70~71°。含量：99%以上。

定量法：准确称取本品约为 1.3 g，加适量水和 20 ml 盐酸溶解，再补加水配成
200~250 ml 溶液。在此溶液里加入 5 g 溴化钾，冷却到 0~5°。在搅拌下以 0.5
N 亚硝酸钠溶液滴定。滴定终点：加入最后 1 滴当量液 2 分钟后用碘化钾淀粉试
液检验，呈现微蓝色即为终点。

氯苯胺总量 (%)

$$= \frac{0.5 \text{ N 亚硝酸钠溶液的消耗量 (ml)} \times 0.06379}{\text{试液的量 (g)}} \times 100$$

氯甲酸乙酯 $ClCOOC_2H_5$

无色透明液体，有刺激性特殊气味。

相对密度 d_{20}^{20} ：1.210~1.240，折光指数 n_D^{20} ：1.385~1.390，蒸馏试验 95 V/V%
以上 (69~73°)。

对-氯苯酚 ClC_6H_4OH

无色~微红色的结晶或结晶块，有特异气味，极容易溶解于乙醇、氯仿、乙醚或
甘油，略微溶于水。

熔点：约 43°。

含量：99.0%以上。

定量法：准确称取本品约 0.2 g，加水准确配成 100 ml 溶液。量准此溶液 25 ml，
注入碘量瓶中，准确加入 0.1 N 溴液 20 ml，再加 5 ml 盐酸，立即密塞，经常
摇混 30 分钟，再放置 15 分钟，然后加入 5 ml 碘化钾溶液 (1→5)，即予密塞，
充分摇混后用 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定 (指示剂：1 ml 淀粉试液)。用同样方
法进行空白试验。

$$1 \text{ ml } 0.1 \text{ N 溴液} = 3.2139 \text{ mg } C_6H_5ClO$$

贮存法：用避光气密容器贮存。

偶氮氯膦Ⅲ $C_{22}H_{14}N_4O_{14}S_2P_2Cl_2Na_2$ 〔2, 7-双(4-氯-2-磷酰苯偶氮铬变酸二钠)〕

黑紫粉末，分解点 $230\sim 240^{\circ}$ 。

强热残分 20%以下（第1法，1g）。

取 16.58 mg 本品，加水溶解配成 100 ml 溶液，呈紫红色，pH 约为 4。取 2 ml 此溶液，加水配成 25 ml 液，将此液对照于水以 10 mm 层长、570 nm 波长测定吸光度时，其值是 0.53 以上。

偶氮氯膦Ⅲ试液

加水溶解 0.01 g 偶氮氯膦Ⅲ，配成 50 ml 液。

氯仿 $CHCl_3$ 〔特级〕

氯仿（非水滴定用）

加硫酸于氯仿中摇混后分液，而后加入氢氧化钠试液摇混，分液后水洗，避光保存。使用时加氯化钙脱水，分别蒸馏，收集 61° 的馏分。

氯仿，不含乙醇

将 20 ml 氯仿和 20 ml 水缓缓而又充分地摇混后，分取氯仿层，再以每次 20 ml 水洗 2 次，用干燥滤纸过滤，加 5 g 无水硫酸钠充分摇混 5 分钟，放置 2 小时后，用干燥滤纸过滤。使用时配制。

硅藻土〔1 级〕

硅藻土，气相色谱用

制取气相色谱用硅藻土需使用优质的硅藻土。

高浓漂白粉

见漂白粉，高浓。

冰

试验用的冰是用“精制水”制成的。

五氧化二磷 P_2O_5 〔1 级〕

琥珀酸二乙醇聚酯

气相色谱用的应是上等的琥珀酸二乙醇聚酯。

胆固醇 $C_{27}H_{46}O$ 〔化妆品原料标准〕

刚果红 $C_{22}H_{22}N_8Na_2O_6S_2$

变色范围 pH（蓝紫）3.0~5.0（橙红）。

刚果红试液

0.5 g 刚果红加 10 ml 乙醇和 90 ml 水的混合液溶解。

醋酸(6 N)

36 g 冰醋酸加水配成 100 ml 溶液。

醋酸(5 N)

30 g 冰醋酸加水配成 100 ml 溶液。

醋酸(0.2 N)

1.2 g 冰醋酸加水配成 100 ml 溶液。

醋酸, 稀(1 N)

6 g 冰醋酸加水配成 100 ml 溶液。

醋酸, 冰 CH_3COOH 醋酸 (冰醋酸) (99~100%), [特级]

醋酸 (非水滴定用)

1000 ml 冰醋酸加 5 g 三氧化铬, 放置一夜后, 过滤后蒸馏, 于 115°以上馏分中加入 20 g 醋酸酐重蒸馏, 收取 117~118°恒定沸点的馏分。

醋酸锌 $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

醋酸铵 $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ [特级]

醋酸铵试液

10 g 醋酸铵加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

醋酸铵试液(1 N)

7.7 g 醋酸铵加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

醋酸铀酸 $\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

醋酸铀酸试液

1 g 醋酸铀酰加水溶解, 配成 20 ml 溶液, 过滤。

醋酸铀酰锌试液

第 1 液: 10 g 醋酸铀酰加 5 ml 醋酸和 50 ml 水, 加热溶解。

第 2 液: 30 g 醋酸锌加 3 ml 醋酸和 30 ml 水, 加热溶解。

待两种溶液温热时混合, 冷却后过滤。

醋酸乙酯 $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ [特级]

醋酸盐缓冲液, pH 4.3

见醋酸-醋酸钾缓冲液, pH 4.3。

醋酸盐-丙酮缓冲液

见醋酸钠-丙酮试液。

醋酸可的松标准品 $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_6$ [日本药典标准品]

醋酸-醋酸铵缓冲液, pH 5.0

250 g 醋酸铵加 1000 ml 水溶解, 加约 25 ml 醋酸调节 pH 为 5.0。

醋酸-醋酸钾缓冲液, pH 4.3

14 g 醋酸钾和 20.5 ml 冰醋酸加水溶解, 配成 1000 ml 溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲液, pH 4.5

80 ml 醋酸钠试液加 120 ml 稀醋酸和水, 配成 1000 ml 溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲液, pH 5.0

140 ml 醋酸钠试液加 60 ml 稀醋酸和水, 配成 1000 ml 溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲液, pH 5.2

100 g 醋酸钠加 200 ml 水溶解, 加约 11 ml 醋酸于其中, 充分混匀后加醋酸钠和醋酸, 用 pH 计调节 pH 为 5.2, 加水为 1000 ml 溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲液, pH 5.5

20 g 醋酸钠加 80 ml 水溶解, 滴加冰醋酸, 调节 pH 为 5.5 后, 加水配成 100 ml

溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲液, pH 5.6

12 g 醋酸钠加 0.66 ml 冰醋酸和水溶解, 配成 100 ml 溶液。

醋酸-醋酸铵缓冲液 pH 6.5, 甲醛定量用

加适量水溶解 150 g 醋酸铵, 加 3 ml 冰醋酸, 再加水配成 1000 ml。

醋酸铜 $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [醋酸铜, 特级]

醋酸铜试液

13.3 g 醋酸铜加 195 ml 水和 5 ml 醋酸的混合液溶解。

醋酸铁试液

4 g 醋酸钠和 2.8 g 氯化铁加 49 ml 水溶解。

醋酸汞 $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ [特级]

醋酸汞试液 (非水滴定用)

6 g 醋酸汞加非水滴定用冰醋酸溶解, 配成 100 ml 溶液。

醋酸钠 $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

醋酸钠, 无水 CH_3COONa [特级]

醋酸钠-丙酮试液

8.15 g 醋酸钠和 42 g 氯化钠加水 100 ml 溶解, 再加 0.1 N 盐酸 68 ml 和 丙酮 150 ml 以及水配成 500 ml 溶液。

醋酸钠试液 (1 N)

13.6 g 醋酸钠加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

醋酸钠试液 (0.2 N)

20 ml 醋酸钠试液加水, 配成 100 ml 溶液。

醋酸铅 $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

醋酸铅纸

通常, 将 $6 \times 8 \text{ cm}$ 的滤纸浸没在醋酸铅试液里, 除去过量的液体后, 于 100° 而不接触金属下进行干燥。

醋酸铅试液 (0.5 N)

9.5 g 醋酸铅加入新煮沸过的而冷却好的水溶解, 配成 100 ml 溶液。密闭保存。

醋酸铅试液, 砷试验装置 C 用

11.8 g 醋酸铅加 2 滴醋酸和水溶解, 配成 100 ml 溶液, 密闭保存。

醋酸铅试液, 儿茶酚用

4.2 g 醋酸铅和 7 g 醋酸钠加入新煮沸过的而冷却了的水溶解, 配成 100 ml 溶液, 密塞保存。

醋酸钡 $\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [特级]

视黄醇醋酸酯标准品, 薄层色谱用

视黄醇醋酸酯色谱上所用的是精制过的视黄醇醋酸酯。

漂白粉, 高纯 [食品添加剂法定书]

水杨醛 $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CHO}$ [特级]

水杨醛试液

10 ml 水杨醛加乙醇溶解，配成 50 ml 溶液。

三氯化锑 SbCl_3 [特级]

三氯化锑试液

用等体积的水洗氯仿 2~3 次，加入新灼烧而冷却了的碳酸钾密闭，避光放置一夜后，分取氯仿层，必须避光蒸馏。用这种氯仿洗涤三氯化锑的表面，当洗液呈澄清透明时，加入氯仿制成饱和溶液。注入避光带塞瓶中，使用时配制。

三氯化钛 TiCl_3 [三氯化钛溶液，1 级]

三氯化钛含量为 10~15% 或 15% 以上，在避光带塞瓶中保存。

三氯化碘 ICl_3 [1 级]

三氯化磷 PCl_3 [特级]

氯化钙 CaO [1 级]

氧化汞 黄色 HgO [1 级]

氧化钡 BaO [氧化钡，干燥用]

氧化镁 MgO [特级]

三氧化铬 CrO_3 [无水铬酸，特级]

三氧化铬试液

3 g 三氧化铬加水溶解，配成 100 ml 溶液。

三氧化二砷 As_2O_3 [三氧化二砷（亚砷酸），特级]

三氧化二砷（标准试剂）[容量分析用标准试剂，三氧化二砷]

三氧化二砷试液

1 g 三氧化二砷加 30 ml 氢氧化钠溶液（1→40），加热溶解冷却后，缓缓加入冰醋酸，配成 100 ml 溶液。

酸性氯化亚锡试液

见氯化亚锡试液，酸性。

酸性氯化铁试液

见氧化铁试液，酸性。

酸性亚甲蓝试液

见亚甲蓝试液，酸性。

氧 O_2 [日本药典]

次氯酸钠试液，氯试验法用

本品为氢氧化钠或碳酸钠的水溶液吸收氯气后生成的无色~淡绿黄色澄清透明液体，有氯气气味。

含量：以次氯酸钠（ NaClO ：74.44）计为 4.2 W/V% 以上。

定量法：准确量取本品 10 ml，加水准确配成 100 ml 溶液。准确量取此溶液 10 ml 注入带塞烧瓶中，加 90 ml 水后，加入 2 g 碘化钾和 6 ml 稀醋酸溶液（1→2），密塞充分摇混，放置暗处 5 分钟。用 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定游离的碘（指示剂：3 ml 淀粉试液）。

以同样方法进行空白试验,校正。

0.1 N 硫代硫酸钠溶液 1 ml = 3.7221 mgNaClO

次氯酸钠-氢氧化钠试液

与 1.05 g 次氯酸钠 (NaClO: 74.44) 相当容量的氯试验用次氯酸钠试液加入 15 g 氢氧化钠和水溶解,配成 1000 ml 溶液,使用时配制。

三氟化硼-甲醇试剂

在三氟化硼-甲醇酯盐 ($\text{BF}_3 \cdot 2 \text{CH}_3\text{OH}$; 131.89) 的无色透明甲醇溶液中,约含 BF_3 14%。

二偶氮苯磺酸试液

取在 105°干燥 3 小时的对氨基苯磺酸 0.9 g,加 10 ml 稀盐酸,加热溶解,加水配成 100 ml。取其 3.0 ml,加 2.5 ml 亚硝酸钠,冰冷 5 分钟后,加 5 ml 亚硝酸钠试液,加水配成 100 ml,在冰水中放置 15 分钟。用时现配制。

氰化钾[特级]

氰化钾试液

1 g 氰化钾加水溶解,配成 10 ml 溶液。使用时配制。

氰化钾试液,稀释

氰化钾试液 10 ml 加水配制 100 ml 溶液。

二乙醇胺 $\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ [1 级]

二乙基二硫代氨基甲酸银 $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$

二乙基二硫代氨基甲酸钠 $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2\text{Na} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

四氯化碳 CCl_4 [特级]

二噁烷 $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ [特级]

毛地黄皂甙 $\text{C}_{55}\text{H}_{90}\text{O}_{29}$

为白色结晶性粉末,难溶于冷水。溶于温乙醇、冰醋酸中。不溶于氯仿和乙醚。

熔点:约 230°(分解)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -47~-49°(1 g, 75%醋酸, 10 ml, 100 mm)。

溶状:本品 0.5 g 加 20 ml 温乙醇溶解时,溶液呈无色澄明状。

干燥失重:6%以下(105°)。

灼烧残分:0.3%以下。'

毛地黄皂甙试液

1.0 g 毛地黄皂甙加 15 ml 水和 40 ml 乙醇加温溶解,加入在 37° 加了温的乙醇,准确配成 100 ml 溶液。

2,6-二氯醌氢亚胺

熔点:65~67°。灼烧残分:0.5%以下。

环己烷 C_6H_{12} [特级]

1,2-二氯乙烷 $\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ [特级]

2,6-二氯酚靛酚钠 $\text{C}_{12}\text{H}_6\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ [特级]

2,6-二氯酚靛酚钠试液

0.1 g 2, 6-二氯酚靛酚钠加 100 ml 水加温溶解, 过滤, 于三日内使用。

二氨基丙基硅酮聚合物

气相色谱用的上等质地物质。

碱式醋酸铅试液

3 g 醋酸铅和 1 g 氧化铅加 0.5 ml 水, 将磨混后所得的类黄色的混合物加入烧杯里, 用表面皿加盖在水浴上加热, 当呈现均匀的白色或带红白色时, 再每次少量加入热水 9.5 ml, 重盖上表面皿, 放置后倾取上清液, 加水使其相对密度为 $d_{4}^{20} = 1.23 \sim 1.24$ 。密塞保存。

碱式醋酸铅试液, 稀释

碱式醋酸铅试液 2 ml 加水配成 100 ml 溶液, 使用时配制。

碱式硝酸铋[化妆品原料标准]

四草酸钾 $\text{KH}_8(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [四草酸钾, pH 测定用]

双硫脲 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNHCSN}:\text{NC}_6\text{H}_5$ [双硫脲 (二苯基硫卡巴脲), 特级]

双硫脲液, 抽提用

0.03 g 双硫脲加 1000 ml 氯仿溶解, 加 5 ml 乙醇, 保存冷处。使用时量取需要量, 与其容量约一半的稀硝酸 (1→100) 摇混后, 除去水层。

双硫脲液, 发色用

0.01 g 双硫脲加 1000 ml 氯仿溶解, 避光, 注入不含可溶性铅盐的玻璃制的带塞瓶中, 保存冷处。

双硫脲苯试液

20 mg 双硫脲加 50 ml 苯溶解, 注入分液漏斗, 加入 50 ml 稀氨水试液 (1→40), 5 ml 亚硫酸钠溶液以及氰化钾溶液 2~3 ml 摇混后, 分取水层。再于苯层加入稀氨水试液 (1→40) 20 ml、亚硫酸钠溶液 2 ml 以及氰化钾溶液 1 ml, 摇混后分取水层, 加入稀盐酸 (1→10) 调成酸性。再加入 50 ml 苯摇混后, 除去水层, 每次用 50 ml 水洗涤苯, 连洗 2 次后, 加苯配制 1000 ml 溶液。

这种溶液不含可溶性铅盐, 注入避光带塞玻璃瓶里, 保存冷处。

3,5-二硝基苯酰氯 $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{COCl}$ [特级]

2,4-二硝基氯苯 $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}$ [特级]

2,4-二硝基苯肼 $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{NHNH}_2$ [特级]

2,4-二硝基苯肼试液

2, 4-二硝基苯肼 1.5 g 用 10 ml 硫酸和 10 ml 水的冷混合液溶解, 加水配成 100 ml 溶液。必要时可过滤。

2, 4-二硝基苯肼-乙醇试液

2, 4-二硝基苯肼 1.5 g 用硫酸和水各 10 ml 的冷混合液溶解, 加入无醛的乙醇 1 体积和水 3 体积的混合液, 配成 100 ml 溶液。必要时可过滤。

α, α' -邻联吡啶 $(\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2$ [特级]

二苯胺 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$ [特级]

二苯胺试液

1 g 二苯胺加 100 ml 硫酸溶解。用无色的液体。

二苯卡巴腓 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNHCON}:\text{NC}_6\text{H}_5$ [特级]

二苯卡巴腓试液

1 g 二苯卡巴腓加乙醇溶解，配成 1000 ml 溶液。

二丁基羟甲苯 [化妆品原料标准]

2,6-二溴醌氯亚胺 $\text{O}:\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2:\text{NCl}$ [特级]

二甲基苯胺

为无色~淡黄色的透明液体，有特异气味。

凝固点：1.9°以上。相对密度： d_{20}^{20} ：0.962 以上。灼烧残分：0.02% 以下（第 1 法，3 g）。

甲基苯胺

取本品 5.0 ml 准确加入 10 ml 醋酐-苯溶液（1→10），摇混后放置 30 分钟，再加入 25 ml 1 N 的氢氧化钠溶液充分摇混后，以 1 N 盐酸滴定（指示剂：酚酞试液 3 滴）。

以同样方法进行空白试验。1 N 氢氧化钠消耗量是 0.2 ml 以下。

蒸馏试验：98 V/V% 以上（第 2 法，192~194°）。

对-二甲基氨基肉桂醛 $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CH}:\text{CHCHO}$ [特级]

对-二甲基氨基肉桂醛试液

取 0.2 g 对-二甲基氨基肉桂醛加 2 ml 硫酸和 98 ml 乙醇的冷混合液溶解。

对-二甲基氨基苯甲醛 $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}$ [特级]

二甲基乙二脒 $\text{HON}:\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{CH}_3)_2:\text{NOH}$ [特级]

二甲基乙二脒试液

1 g 二甲基乙二脒加乙醇溶解，配成 100 ml 溶液。

二甲基亚砷，吸收光谱用

为无色结晶或透明无色液体，具有特殊的气味，吸湿性强。

水分：0.1% 以下。凝固点：18.3° 以上。

吸收光谱：对于本品以水作对照，用氮气饱和后，立即测定消光度时，波长为 270 nm、275 nm、280 nm 和 380 nm 等的消光度分别为 0.20 以下，0.09 以下，0.06 以下和 0.015 以下。而波长在 260~350 nm 时不见有特异的吸收。

二甲基甲酰胺 $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$ [特级]

溴化钾 KBr [特级]

溴化钾，红外用 [特级]

用透过率为 85% 以上的溴化钾。

溴化氰 BrCN [1 级]

溴化氰试液

2 g 溴化氰加水溶解，配成 100 ml 溶液。使用时在通风中配制。或在冰冷的 100 ml 水中加进 1 ml 溴，激烈摇混后，滴加冰冷的氰化钾试液直至溴的颜色消退为止。使用时在通风中配制。

溴氢酸 HBr [相对密度 1.38 以上, 特级]

HBr 含量为 40% 以上。

溴化十六烷基吡啶 $\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{BrN}$

为白色结晶或结晶性粉末, 溶于乙醇、温水, 略微溶于苯、丙酮和水。

熔点: $60\sim 64^\circ$ 。

溴化汞 HgBr_2 [特级]

溴化汞乙醇试液

5 g 溴化汞加 100 ml 乙醇缓缓加热溶解, 将这种溶液保存在褐色带塞瓶里。

溴化汞纸

将裁成宽约 4 cm、长约 10 cm 的色谱滤纸用溴化汞乙醇试液浸没于暗处, 约为 1 小时后把滤纸从试液中提起, 勿使试验用的部分直接与手接触, 滤纸悬挂在玻璃棒上自然干燥。干燥后将滤纸四周剪除, 剪成一个长约 18 mm 的四方形, 再剪取四角, 避光暗处保存。

溴化汞纸, 砷试验装置 C 用

将裁成宽约 3 cm、长约 10 cm 的色谱滤纸浸没于溴化汞乙醇试液中, 时常摇动, 放于暗处约 1 小时后, 取出滤纸。放于暗处保持水平自然干燥, 切成直径约 18 mm 的圆形, 放入避光带塞瓶中暗处保存。显色试验部分不可用手触及。

溴化钠 NaBr [特级]

重铬酸钾 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ [特级]

重铬酸钾(标准试剂) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ [容量分析用标准试剂, 重铬酸钾]

重铬酸钾试液

7.5 g 重铬酸钾加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

草酸 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [特级]

草酸试液(1 N)

6.3 g 草酸加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

草酸铵 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [特级]

草酸铵试液(0.5 N)

3.5 g 草酸铵加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

草酸 N -(1-萘基)- N' -二乙基-乙二胺 $\text{NH}(\text{C}_{10}\text{H}_7)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2(\text{COOH})_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ [特级]

避光保存。

草酸钠(标准试剂) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ [容量分析用标准试剂, 草酸钠]

避光保存。

草酸-硫酸试液

将硫酸加入等量的水中, 冷却后以其 500 ml 溶解 25 g 草酸。

溴 Br_2 [特级]

呈暗红褐色, 有挥发性, 刺激性强并有腐蚀性, 难溶于水, 可溶于乙醇和乙醚。

溴试液

配成溴的饱和水溶液。取溴 2~3 ml 置于瓶盖上涂有凡士林的带塞瓶内，加冷水 100 ml，密塞摇混，尽可能避光存于阴凉处。

溴、盐酸试液

1 ml 溴-溴化钾试液中加 100 ml 盐酸。

溴酸钾 KBrO_3 [特级]

溴-溴酸钾试液

30 g 溴和 30 g 溴化钾以水溶解，配成 100 ml 溶液。

溴酸钾、溴化钾试液

1.4 g 溴酸钾和 8.1 g 溴化钾加水溶解，配成 100 ml 溶液。

溴酸钠 NaBrO_3 [化妆品原料标准]

酒石酸 $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ [特级]

酒石酸钾钠 $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [特级]

酒石酸钾钠试液

14.1 g 酒石酸钾钠加水 100 ml 溶解。

酒石酸氢钠 $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [特级]

酒石酸氢钠试液 (1 N)

1 g 酒石酸氢钠加水溶解，配成 10 ml 溶液，使用时配制。

硝酸 HNO_3 [相对密度 1.40 以上，特级]

HNO_3 含量 69~71%。

硝酸，稀释 (10%)

硝酸 10.5 ml 加水，配成 100 ml 溶液。

硝酸，发烟 [相对密度 1.50 以上，特级]

硝酸含量 90% 以上，保存冷处。

硝酸铵 NH_4NO_3 [特级]

硝酸钾 KNO_3 [特级]

硝酸银 AgNO_3 [特级]

硝酸银试液 (0.1 N)

17.5 g 硝酸银加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

硝酸银氨试液

将 1 g 硝酸银溶解于 20 ml 水中，在搅混下滴加氨试液直到沉淀几乎溶解为止，保存避光密塞容器里。

硝酸钴 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [特级]

硝酸锶 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ [硝酸锶 (无水)，特级]

硝酸亚铈 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

本品为无色~淡黄色的结晶性粉末，溶于水。

氯化物：0.036% 以下，硫酸盐 0.120% 以下，含量 98.0% 以上。

定量法：精确称取本品约 1.5 g，加 5 ml 硫酸，加热到激烈冒白烟为止。冷后，

加 200 ml 水,再加 0.5 ml 0.1 N 硝酸银溶液和 5 g 过硫酸铵溶解,煮沸 15 分钟。冷却后以硫酸亚铁铵溶液滴定到溶液颜色由淡蓝色转为红色时为止(指示剂:邻-菲咯啉试液 2 滴)。

0.1 N 硫酸亚铁铵溶液 1 ml = 43.42 mg $\text{Ce}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

硝酸亚铈试液

0.44 g 硝酸亚铈加水溶解,配成 1000 ml 溶液。

硝酸汞试液(4 N)

32 ml 硝酸和 15 ml 水的混合液溶解 40 g 黄色氧化汞,避光带塞瓶内保存。

硝酸钍 $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

硝酸钠 NaNO_3 [特级]

硝酸铅 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ [特级]

硝酸钡 $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ [特级]

硝酸钡试液(0.25 mol/L)

6.5 g 硝酸钡加水溶解,配成 1000 ml 溶液。

硝酸镁 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

硝酸镧 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

本品为潮解性白色的结晶,熔点约 40°。本品易溶于乙醇,溶于丙酮。

水不溶分: 0.005% 以下,灼烧残留分 37.5~38.5%。本品密塞保存冷处。

硝酸镧试液

4.33 g 硝酸镧加水溶解,配成 1000 ml 溶液。

硅胶

为无定形的部分加水的硅酸,呈不定形玻璃状颗粒。

作为干燥剂用,也有内含由于吸收水分而变色的变色料的硅胶。在 110°干燥后又返回原色。

灼烧失重: 6% 以下 (2 g, 950±50°)。

水分吸着能: 31% 以上。

取本品约 10 g 于称量瓶中,除去盖子,放进用相对密度为 1.19 的硫酸将湿度调到 80% 的容器内,24 小时后称其重量,求出试样增加的重量。

硅胶,薄层色谱用

是白色的粉末,粒子大小为 5~25 μm(平均),含有 5~15% 的硫酸钙。

硅胶,加进硅光剂用于薄层色谱

为薄层色谱用而制取的添加了荧光剂的硅胶。

硅树脂

为半透明淡灰色的粘性液体或呈膏状,几乎无气味。

相对密度: d_{20}^{20} : 0.98~1.02。

将本品 15 g 放入索氏抽提器中,用 150 ml 四氯化碳萃取 3 小时,将萃取液于水浴上蒸发得到液体的粘度为 100~1100 厘沱 (25°)。折光指数: 1.400~1.410 (25°)。萃取残留物的干燥失重为 0.45~2.25 g (100°, 1 小时)。

硅油

本品为无色透明的油液，几乎无臭无味。

汞 Hg[特级]

氢氧化钾 KOH[特级]

KOH 含量 85% 以上。

氢氧化钾试液(1 N)

6.5 g 氢氧化钾加水溶解，配成 100 ml 溶液。保存在聚乙烯瓶里。

氢氧化钾试液(8 N)

52 g 氢氧化钾加水溶解，配成 100 ml 溶液。保存在聚乙烯瓶里。

氢氧化钾-乙醇试液

10 g 氢氧化钾加乙醇溶解，配成 100 ml 溶液。使用时配制。

氢氧化钾-乙醇试液，稀(0.5 N)

35 g 氢氧化钾用 20 ml 水溶解，加乙醇配成 1000 ml 溶液。密塞保存。

氢氧化钙 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [1 级]

氢氧化钙(pH 测定用)[1 级]

氢氧化钙溶液的 pH 为 12.45，这是在 23~27° 制备的饱和溶液在 25° 测定的 pH 值

氢氧化钙试液(0.04 N)

3 g 氢氧化钙加 1000 ml 蒸馏水，1 小时内不断强烈摇混后，静置，用时取上清液。

氢氧化钠[特级]

NaOH 含量 95% 以上。

氢氧化钠试液(1 N)

4.3 g 氢氧化钠溶解于水中，配成 100 ml 溶液。保存在聚乙烯瓶里。

氢氧化钠试液，稀(0.1 N)

取 0.43 g 氢氧化钠，加新煮沸冷却了的水溶解，配成 100 ml 溶液。使用时配制。

氢氧化钠-氰化钾缓冲液，pH 12.8

8.0 g 氢氧化钠和 5.2 g 氰化钾加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

氢氧化钡 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

密塞保存。

氢氧化钡试液(0.5 N)

用新煮沸冷却过的水饱和氢氧化钡。使用时配制。

氢气 H_2

无色气体。熔点：-259.2°，沸点：-252.8°，保存于耐压容器内。

硬脂酸甲酯，气相色谱用 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOCH}_3$

白色结晶粉末，不溶于水，但溶于乙醇和乙醚中。熔点 38~39°，沸点 215°/15 mmHg，含量 95.0% 以上，定量法，气相色谱法，面积百分率法，操作条件以化妆品原料技术标准“硬脂酸二乙醇胺”的确认试验(3)为标准。

对氨基苯磺酸 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ [特级]

对氨基苯磺酸-盐酸试液(1%)

1 g 对氨基苯磺酸加 1 N 盐酸溶解，配成 100 ml 溶液。

对氨基苯磺酸- α -萘胺试液

0.5 g 对氨基苯磺酸加 150 ml 醋酸溶解，再加用 150 ml 醋酸溶解了 0.5 g 盐酸 α -萘胺所成的溶液，并予混合。

若显淡红色时，加锌粉脱色。

氨基磺酸(标准试剂) HOSO_2NH_2 [容量分析标准试剂，氨基磺酸]

氨基磺酸铵 $\text{NH}_4\text{OSO}_2\text{NH}_2$ [1 级]

精制硫酸，稀释

将硫酸加热到冒白烟为止，使其冷却了的 1 体积加到 1 体积水中溶解。

蓝色石蕊试纸 [石蕊试纸，蓝色石蕊试纸]

红色石蕊试纸 [石蕊试纸，红色石蕊试纸]

石油醚 [特级]

红磷 P [1 级]

溴化十六烷基三甲铵

本品主要是由溴化十四烷基三甲铵组成，含有少量溴化十二烷基三甲铵或溴化十六烷基三甲铵。

本品为白色或淡黄色的伞状、流动性高的粉末，略微有特异气味。

本品溶于水和乙醇。

癸二酸二辛酯 $\text{C}_{26}\text{H}_{50}\text{O}_4$

淡黄色油状物，易溶于有机溶剂，但不溶于水。

沸点：248°/4 mmHg。相对密度： d_4^{25} ：0.913。折光指数 n_D^{25} ：1.449。

硒 Se [特级]

苏打灰 [苏打灰(纯碱)，1 级]

耐火砖，气相色谱用

气相色谱用的耐火砖要用盐酸或硫酸处理过。

脱脂棉 [日本药典]

钨酸钠 $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [特级]

碳酸铵 [特级]

碳酸铵试液

20 g 碳酸铵和 20 ml 氨试液加水溶解，配成 100 ml 溶液。

碳酸钾，无水 K_2CO_3 [碳酸钾，(无水)，特级]

碳酸钙 CaCO_3 [碳酸钙，沉降制，特级]

磷酸乙酯 $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{CO}_3$

淡黄色透明液体。相对密度 d_4^{20} ：1.068~1.077。

磷酸甲酯 $(\text{CH}_3)_2\text{CO}_3$

磷酸氢钠 NaHCO_3 [特级]

碳酸氢钠(pH 测定用) [碳酸氢钠(重碳酸钠)，pH 测定用]

碳酸氢钠试液

5 g 碳酸氢钠加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

碳酸钠 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

碳酸钠(标准试剂) Na_2CO_3 [容量分析用标准试剂, 碳酸钠]

碳酸钠(pH测定用) Na_2CO_3 [碳酸钠, 无水, pH测定用]

碳酸钠, 无水 Na_2CO_3 [碳酸钠, 无水, 特级]

碳酸钠试液(2 N)

10.5 g 碳酸钠(无水)加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

丹宁酸 [日本药典]

丹宁酸试液

1 g 丹宁酸加 1 ml 乙醇溶解, 加水配成 10 ml 溶液。使用时配制。

硫氰酸铵 NH_4SCN [特级]

硫氰酸铵试液(1 N)

8 g 硫氰酸铵加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

硫氰酸铵-硝酸钴试液

17.4 g 硫氰酸铵和 2.8 g 硝酸钴加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

硫氰酸钾 KSCN [特级]

硫氰酸钾试液

1 g 硫氰酸钾加水溶解, 配成 10 ml 溶液。

硫氰酸汞试液

30 g 硫氰酸铵和 27 g 氯化汞加水溶解, 配成 1000 ml 溶液。

硫脲 H_2NCSNH_2 [特级]

硫脲试液

10 g 硫脲加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

硫代硫酸钠 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ [硫代硫酸钠(结晶), 特级]

硫代硫酸钠试液

26 g 硫代硫酸钠和 0.2 g 无水碳酸钠加入新煮沸冷却了的水溶解, 配成 1000 ml 溶液。

钛黄 $\text{C}_{28}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_4$ [克莱顿黄, 1 级]

本品在酸性或弱碱性时显黄色, 强碱性(pH 12~13)时显红色。

钛黄试纸

将滤纸浸没在钛黄溶液(1→10 000)里, 使其干燥制备。

氮气 N_2 [日本药典]

百里酚 $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCH}(\text{CH}_3)_2$ [日本药典]

百里酚酞 $\text{C}_{28}\text{H}_{30}\text{O}_4$ [特级]

变色范围 pH(无色) 9.3~10.5 (蓝色)。

百里酚酞试液

0.1 g 百里酚酞溶解在 100 ml 乙醇中, 过滤。

百里酚蓝 $\text{C}_{27}\text{H}_{40}\text{O}_6\text{S}$ [特级]

变色范围：酸性侧（红）1.2~2.8（黄），碱性侧（黄）8.0~9.6（蓝）。

百里酚蓝试液

0.1 g 百里酚蓝溶解在 100 ml 乙醇中，过滤。

百里酚酞-二甲基甲酰胺试液

0.1 g 百里酚酞加 100 ml 二甲基甲酰胺溶解。

中和亚硫酸钠试液

见亚硫酸钠试液，中和。

中和乙醇

见乙醇，中和。

糊精[1级]

铁-酚酞试液

1.054 g 硫酸亚铁铵溶解于 20 ml 水中，加 1 ml 硫酸和 1 ml 浓双氧水，加热到泡沫停止产生为止，而后加水配成 50 ml。取此溶液 3 体积于容量瓶中，在冷却下加入硫酸，配成 100 体积溶液，成为铁-硫酸溶液。另外将苯重蒸馏，除去头馏分的 10% 容量和尾馏分的 5% 容量，蒸馏液避免吸潮放进约其 2 倍容量的已知重量的带塞干燥烧瓶里，塞好瓶盖后用冰冷却，用玻璃棒防止内容液表面结块，同时又使其完全结晶，干燥称重。在烧瓶中加入苯酚重量的 1.13 倍的铁-硫酸溶液，密塞，不必冷却而时常摇动使苯酚溶解后，激烈地摇混，于暗处放置 16~24 小时。在此混合液中加入相当于其重量 23.5% 的稀硫酸（10→21），充分混合，注入带塞的干燥瓶里，防潮并于暗处保存。配制后，在六个月内使用。

铁-苯酚试液，稀释

10 ml 铁-苯酚试液加入 4.5 ml 水。使用时配制。

四氢呋喃 C_4H_8O

无色液体，有特异气味，易溶于水或有机溶剂。

沸点：64~65°，有爆炸性。

四苯硼钾试液

50 ml 邻苯二甲酸氢钾溶液（1→500）加 1 ml 醋酸，再加入四苯硼钾溶液（7→1000），充分摇混，放置 1 小时后滤取生成的沉淀，水洗。取沉淀量的 1/3 加入 100 ml 水约于 50°在摇混下加温 5 分钟，而后急速冷却，在常温下时常摇混，放置 2 小时后过滤。除去 30 ml 初滤液。

四苯硼钠 $(C_6H_5)_4BNa$

为白色~淡红色的结晶、粒状或粉末。溶于水或乙醇。

干燥失重：0.5% 以下（105°，2 小时）。

含量：99.5% 以上。

定量法：精确称取本品约 0.5 g，加 1 ml 醋酸和 100 ml 水溶解，在搅拌下不断缓缓地加入 25 ml 邻苯二甲酸氢钾溶液（1→20）。放置 2 小时后，将产生的沉淀用重量已知的玻璃过滤器（1 G 4）过滤，用四苯硼钾试液洗涤，每次用 5 ml 共洗 3 次，于 105°干燥 1 小时，冷却后，称取重量。将此四苯硼钾的重量乘以 0.9550，

即为四苯硼钠 $[(C_6H_5)_4BNa]$ 342.22]的重量。

淀粉[特级]

淀粉试液

将 1 g 淀粉和 10 ml 冷水充分混合,并将此混合液在搅拌下不断缓缓注入 200 ml 的热水中,煮沸至液体呈半透明为止。将溶液放置后取其上清液使用。使用时配制。

铜 Cu[特级]

成型为削片、线状、板状或粉状。

淀粉消化力试验用费林试液。

费林试液,见淀粉消化力试验用。

干冰

本品为白色,在空气中易于升华的固体。将二氧化碳在低温下加压制成液体,使其部分蒸发,成为雪状固体,在其中每次再加入少量液体二氧化碳,多次加压制成。

德拉根道夫试液

0.85 g 次硝酸铋加 10 ml 冰醋酸溶解,加水 40 ml 为 A 液。8 g 碘化钾加 20 ml 水溶解,作为 B 液。用时将 A 液、B 液和冰醋酸分别等容积混合使用。A 液和 B 液需避光保存。

德拉根道夫试液,喷雾用

德拉根道夫试液的 A 液和 B 液等容积混合液 4 ml 加入 20 ml 稀醋酸 (1→5)。使用时配制。

德拉根道夫试验液

0.35 g 次硝酸铋加 100 ml 醋酸和 40 ml 水溶解,8 g 碘化钾加 20 ml 水溶解,取这两种溶液各 1 份与 4 份醋酸和 10 份水配成 1:1:4:10 的混合溶液。

三乙醇胺 $N(CH_2CH_2OH)_3$ [1 级]

三氯三氟乙烷 $C_2Cl_3F_3$ [氟里昂 113]

使用 JIS 所规定的品种。

三苯氯甲烷 $(C_6H_5)_3CCl$ [特级]

三甲基氯硅烷 $(CH_3)_3SiCl$

无色透明液体。沸点 57° , 相对密度 d_4^{20} : 0.856, 折射率 n_D^{20} : 1.3850~1.3890, 保存时注意防潮。

甲苯 $C_6H_5CH_3$ [特级]

钠,金属 Na[钠,1 级]

α -萘胺 $C_{10}H_7NH_2$ [特级]

避光保存。

β -萘磺-4-磺酸钠 $C_{10}H_6O_2SO_3Na$ [特级]

α -萘酚 $C_{10}H_7OH$ [特级]

避光保存。

α -萘酚苯甲醇 $(HOC_{10}H_7)_2 \cdot C(C_6H_5)OH$

红褐色的粉末，不溶于水，但溶于乙醇、苯、乙醚、冰醋酸。在酸性显红黄色，在碱性显绿色。

α -萘酚苯甲醇试液

1 g α -萘酚苯甲醇加苯溶解，配成 100 ml 溶液。

β -萘酚 $C_{10}H_7OH$ [1 级]

β -萘酚试液

1 g β -萘酚加 100 ml 氢氧化钠溶液 (1→100) 溶解。使用时配制。

间萘二酚 $C_{10}H_6(OH)_2$ [1 级]

铅酸钠试液

50 g 氢氧化钠加 100 ml 水溶解，于此溶液中加入 2.5 g 醋酸铅和 5 g 柠檬酸钠溶解，再加水配成 150 ml 溶液。

铅试验法用亚硫酸钠试液

见亚硫酸试液，铅试验法用。

铅试验法用柠檬酸铵试液

见柠檬酸铵试液，铅试验法用。

二氧化硫 SO_2

于亚硫酸氢钠浓溶液中滴加硫酸而制取的。为无色的气体，具有特殊的臭味。

二氧化碳 CO_2 [日本药典]

二氧化铅 PbO_2 [二氧化铅 (过氧化铅)，特级]

5-亚硝基-8-氟碳咪 C_9H_5NOHNO

为暗灰绿色的结晶性粉末。

熔点：测定本品的熔点时，约在 245° 分解。

溶状：1 g 本品加 100 ml 硫酸溶解，溶液为澄清透明。

硝普酸钠 $Na_2Fe(CN)_5(NO) \cdot 2 H_2O$ [特级]

硝普碳钠试液

1 g 硝普酸钠加水溶解，配成 20 ml。使用时配制。

邻-硝基苯甲酸 $C_6H_4NO_2CHO$

黄色针状的结晶，有如苯甲醛的气味，溶于乙醇。

熔点：40~45°。灼烧残分：0.1% 以下。

硝基苯 $C_6H_5NO_2$ [特级]

β -亚硝基- α -萘酸 $C_{10}H_7NO_2$ [2-亚硝基-1-萘酚]

呈黄色针状结晶，易溶于乙醇、醋酸和丙酮。难溶于乙醚、苯、氯仿和石油醚。

熔点：162~164°。

乳酸 $CH_3CH(OH)COOH$ [特级]

乳酸酪蛋白 酪蛋白，见乳剂

尿素 H_2NCONH_2 [特级]

二硫化碳 CS_2 [特级]

防火，于阴暗处密塞保存。

水合茛三酮 $C_2H_4O_3 \cdot H_2O$ [水合茛三酮 (水合三引茛酮), 特级]

水合茛三酮试液

2.1 g 柠檬酸和 7.2 g 磷酸氢钠加 100 ml 水溶解, 加 100 ml 正丁醇摇混, 分取丁醇层。然后取 0.2 g 水合茛三酮加上述的丁醇溶解, 配成 100 ml 溶液。

奈斯勒试液

10 g 碘化钾加 10 ml 水溶解, 边搅混边加入氯化汞饱和溶液直到红色沉淀不再溶解而仅留下少量时为止。然后加入 30 g 氢氧化钠溶解于 60 ml 水的溶液, 再加 1 ml 氯化汞饱和溶液和水配成 200 ml 溶液。使沉淀沉底, 用其上清液。取本液 2 ml 加 100 ml 氯化汞溶液 ($\rightarrow 300\ 000$) 时, 立即呈现黄褐色。

氢醌 [1 级]

$C_6H_4(OH)_2$ 含量在 99% 以上。

薄层色谱用视黄醇醋酸酯标准品。

薄层色谱用见视黄醇棕榈酸酯标准品。

发烟硝酸

见硝酸, 发烟。

香兰素 $C_6H_5CHO(OCH_3)(OH)$

白色结晶, 有特殊香气和味道。

熔点: $81 \sim 83^\circ$, 干燥失重: 1.0% 以下 (1 g, 硅胶, 4 小时)。

灼烧残分: 0.05% 以下 (1 g)。避光保存。

香兰素-乙醇试液

1 g 香兰素加 100 ml 乙醇溶解。

牙膏用硫酸镁试液

见硫酸镁试液, 牙膏用。

石蜡 [1 级]

薄层色谱用视黄醇棕榈酸酯标准品。

薄层色谱用的视黄醇棕榈酸酯是精制过的。

苦味酸 $HOC_6H_2(NO_2)_3$ [三硝基苯酚 (苦味酸), 特级]

密闭, 防火, 保存于冷处。

苦味酸试液

1 g 苦味酸加 100 ml 热水溶解, 必要时冷却后过滤。

非水滴定用冰醋酸

见醋酸, 水, 非水滴定用。

砷试验装置 C 用氯化亚锡试液

见氯化亚锡试液, 砷试验装置 C 用。

砷试验装置 C 用醋酸铅试液

见醋酸铅试液, 砷试验装置 C 用。

砷试验装置 C 用溴化汞纸

见溴化汞纸, 砷试验装置 C 用。

维生素 A 定量用异丙醇

见异丙醇，维生素 A 定量用。

维生素 A 定量用乙醚

见乙醚，维生素 A 定量用。

羟胺-溴酚蓝试液

20 g 盐酸羟胺加 40 ml 水溶解，加 400 ml 乙醇、300 ml 0.5 N 氢氧化钾-乙醇溶液以及 2.5 ml 溴酚蓝-氢氧化钠试液，放置 30 分钟后过滤。使用时配制。

氢化可的松标准品 $C_{21}H_{30}O_5$ [日本药典标准品]

吡啶 C_5H_5NH

本品几乎是无色透明液体。

相对密度: d_{20}^{20} : 0.860~0.865

蓖麻油 [化妆品原料技术标准]

缩二脲 (Biuret) 试液

1.5 g 硫酸铜和 6.0 g 酒石酸钾钠加 500 ml 水溶解，再加 300 ml 10% 氢氧化钠溶液，然后加水配制 1000 ml 溶液。

冰醋酸

见醋酸，冰。

冰醋酸，非水滴定用

见醋酸，冰，非水滴定用。

吡啶 C_5H_5N [特级]

吡啶，费休用

1 ml 本品的水分在 1 mg 以下。

在吡啶中加入氢氧化钾或氧化钡，密塞放置几日后，全部蒸馏，防潮保存。

吡啶，无水 C_5H_5N

10 g 氢氧化钠加 100 ml 吡啶，放置 24 小时后，倾出上清液，取之蒸馏。

吡啶、吡唑啉酮试液

0.1 g 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮加 100 ml 水，在 65~70° 加温，充分摇混溶解后，在 30° 以下冷却。加入用 20 ml 吡啶溶解 0.02 g 双-(1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮) 的液体混合。使用时配制。

焦锑酸钾 $K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4 H_2O$ [1 级]

焦锑酸钾试液

2 g 焦锑酸钾加 100 ml 水煮沸约 5 分钟后，迅速冷却，加入 10 ml 氢氧化钾溶液 (3→20)，放置一日后过滤。

焦栲酚 $C_6H_3(OH)_8$ [特级]

吡咯 C_4H_5N [特级]

邻-菲咯啉 $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ [特级]

邻-菲咯啉试液

0.15 g 邻-菲咯啉加入 10 ml 新配制的硫酸亚铁溶液 (37→2500) 及 1 ml 稀硫

酸溶解，密塞保存。

苯酚 C_6H_5OH [特级]

苯酚-硝酸钠试液

0.025 g 硝酸钠和 5 g 苯酚加水溶解，配成 500 ml 溶液。保存阴凉处。

酚酞 $C_{20}H_{14}O_4$ [特级]

变色范围 pH (无色) 8.3~10.0 (红色)。

酚酞试液

1 g 酚酞加 100 ml 乙醇溶解。

酚红 $C_{19}H_{14}O_5S$ [特级]

变色范围 pH (黄) 6.8~8.4 (红)。

酚红试液

0.1 g 酚红于 100 ml 乙醇中溶解，过滤。

铁氰化钾 $K_3Fe(CN)_6$ [特级]

铁氰化钾试液 (1 N)

1 g 铁氰化钾加水溶解，配成 10 ml 溶液，使用时配制。

铁氰化钾试液，碱性

1.65 g 铁氰化钾和 10.6 g 无水碳酸钠加水溶解，配成 1000 ml 溶液。避光保存。

费林试液，淀粉消化力试验用

铜液：称准 34.660 g 硫酸铜，加水溶解，配成 500 ml 溶液。几乎装满于带塞瓶中，然后保存。

碱性酒石酸盐溶液：取 173 g 酒石酸钾钠和 50 g 氢氧化钠，溶于水中，准确配成 500 ml 溶液。保存在聚乙烯瓶里。

使用时将两种溶液等容量混合。

亚铁氰化钾 $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ [特级]

亚铁氰化钾试液 (1 N)

1 g 亚铁氰化钾加水溶解，配成 10 ml 溶液。使用时配制。

福林试液

将 20 g 钨酸钠、5 g 钼酸钠和约 140 ml 水放入 300 ml 烧瓶里，加了 10 ml 稀释了的磷酸 (17→20) 及 20 ml 盐酸，装好回流冷凝器，缓和地煮沸 10 小时。

然后加入 30 g 硫酸锂和 10 ml 水，再加入极少量溴使深绿色液呈黄色，不装冷凝器煮沸 15 分钟除去过量的溴。冷后加水调成 200 ml，用玻璃过滤器过滤，保存。以此溶液为原液，使用时用水稀释成规定的浓度。

品红 [特级]

品红亚硫酸试液

0.2 g 品红溶解于 120 ml 温水中，冷后加入 20 ml 无水亚硫酸钠溶液 (1→10) 和 2 ml 盐酸，再加水配成 200 ml 溶液。至少放置 1 小时。使用时配制。

正-丁醇 $CH_3(CH_2)_3OH$ [正-丁醇，特级]

邻苯二甲酸二辛酯 $C_{24}H_{38}O_4$ [邻苯二甲酸二-2-乙基己酯]

无色油状液体，难溶于水，溶于有机溶剂。

沸点：231°/5 mmHg。相对密度， d_4^{25} ：0.986。折光指数： n_D^{25} ：1.483。

作为气相色谱用的液相，适用于各种化合物。

限界使用温度：150°。

邻苯二甲酸氢钾 (pH 测定用) $C_6H_4(COOK)(COOH)$ [pH 测定用]

邻苯二甲酸氢钾 (标准试剂) [容量分析用标准试剂，邻苯二甲酸氢钾]

邻苯二甲酸氢钾缓冲液，pH 3.5

缓冲液用 0.2 M 邻苯二甲酸氢钾试液 50 ml 和 0.2 N 盐酸 7.95 ml 加水配成 200 ml 溶液。

0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾试液，缓冲液用

40.846 g 邻苯二甲酸氢钾加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

邻苯二甲酸，无水 $C_6H_4(CO)_2O$ [特级]

氢氟酸 HF [特级]

HF 含量为 46% 以上。

氟化钠 NaF [特级]

氟化钠 (标准试剂) NaF [容量分析用标准试剂，氟化钠]

氟化钠试液

3 g 氟化钠加 50 ml 水并在水浴上加热溶解。冷却后加 2 滴酚酞试液，若无色，则加入 0.1 N 氢氧化钠溶液直到 30 秒钟内呈现微红色为止，若是显红色，则加入 0.1 N 盐酸直到微红色消失为止。

氟试验法用茜素络合酮试液

见茜素络合酮试液，氟素试验法用。

葡萄糖 $C_6H_{12}O_6$ [葡萄糖 (无水)，特级]

葡萄糖试液

50 g 葡萄糖加水溶解，配成 100 ml 溶液。

蓝四唑鎓 $C_{40}H_{32}Cl_2N_8O_2$ [3, 3'-二苯甲醚-双-4, 4'-(3, 5-二苯基)四唑鎓氯化物] 淡黄色结晶，易溶于甲醇、乙醇和氯仿，难溶于水，几乎不溶于丙酮或乙醚。

蓝四唑鎓试液，碱性

加 3 体积氢氧化钠-甲醇溶液 (3→25) 于 1 体积蓝四唑鎓-甲醇溶液 (1→200) 中。

糠醛 $C_5H_4O_2$ [特级]

糠酸试液

2 g 新蒸馏的糠醛溶解于乙醇中，配成 100 ml 溶液。

脱氢皮醇标准品 $C_{21}H_{38}O_5$ [日本药典标准品]

正-丙醇 $CH_3(CH_2)_2OH$ [正-丙醇，特级]

丙二醇 $CH_3CH(OH)CH_2OH$ [特级]

溴甲酚绿 $C_{21}H_{14}Br_4O_6S$ [特级]

变色范围 pH (黄) 3.8~5.4 (蓝)。

溴甲酚绿试液

0.05 g 溴甲酚绿溶解于 100 ml 乙醇中，过滤。

溴甲酚绿-甲基品红盐酸盐试液

加 2 ml 乙醇溶解 0.3 g 溴甲酚绿和 0.075 g 甲基品红盐酸盐，加丙酮配成 100 ml 溶液。

溴甲酚绿-甲基红试液

溴甲酚绿试液和甲基红试液等容量混合。

溴甲酚紫 $C_{21}H_{15}Br_2O_5S$ [特级]

溴甲酚紫试液

0.05 g 溴甲酚紫加 100 ml 水溶解，过滤。

溴百里酚蓝 $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ [特级]

变色范围 pH (黄) 6.0~7.6 (蓝)。

溴百里酚蓝试液

0.1 g 溴百里酚蓝加 100 ml 稀乙醇溶解，过滤。

溴酚蓝 $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ [特级]

变色范围 pH (黄) 3.0~4.6 (蓝)

溴酚蓝试液

0.1 g 溴酚蓝加 100 ml 稀乙醇溶解，过滤。

溴酚蓝-醋酸钠-醋酸试液

混合 0.2 N 醋酸钠试液 75 ml、0.2 N 醋酸 925 ml 以及溴酚蓝试液 20 ml。

溴酚蓝-氢氧化钠试液

0.05 N 氢氧化钠溶液 3 ml 加 0.1 g 溴酚蓝充分摇匀溶解，加水配成 25 ml 溶液。

间苯三酚 $C_6H_3(OH)_3 \cdot 2 H_2O$ [特级]

间苯三酚-盐酸试液

0.1 g 间苯三酚加 1 ml 乙醇溶解，加 9 ml 盐酸充分搅混，存于暗处。

喷雾用德拉根道夫试液

见德拉根道夫试液，喷雾用。

六偏磷酸钠 [特级]

六甲基二硅氮烷 $(CH_3)_3SiNHSi(CH_3)_3$

无色透明液体，沸点 125° 。相对密度 d_4^{20} ：0.765。折射率 n_D^{20} ：1.4071，注意防潮保存。

己烷 C_6H_{14} [正-己烷，特级]

正-己烷，吸收光谱用 [己烷，特级。对照水，测定消光度时，在波长为 220 nm 和 260 nm 时其消光度分别为 0.1 以下和 0.02 以下。而波长在 260~350 nm 时，未见有吸收]。

庚烷 C_7H_{16} [正-庚烷，特级]

氦 He

无色气体，熔点：-272.2° (26 气压)，沸点：-268.9°

保存于耐压容器中。

联苯胺 $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\cdot\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$ [联苯胺，特级]

联苯胺试液

0.1 g 联苯胺加 25 ml 醋酸和水，配成 100 ml 溶液。

联苯胺铜纸

2 g 联苯胺加 1 g 冰醋酸和 100 ml 水，在 15 分钟内时常摇混，并在 80° 保温，冷却后抽滤，滤液为 A 液。把 3 g 醋酸铜溶于 100 ml 水中作为 B 液，使用时混合 25 ml A 液和 2 ml B 液，将滤纸没于这种混合液中，使用时直接用湿纸。

苯 C_6H_6 [特级]

季戊四醇 $\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4$

白色结晶或结晶性粉末，稍易溶于水。

硼酸 H_3BO_3 [特级]

0.2 mol/L 硼酸-0.2 mol/L 氯化钾试液，缓冲液用。

12.366 g 硼酸和 14.912 g 氯化钾加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

硼酸-氯化钾-氢氧化钠试液，pH 9.2

缓冲液用 0.2 mol/L 硼酸-0.2 mol/L 氯化钾试液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 20.70 ml 加水，配成 200 ml 溶液。

硼酸-氯化钾-氢氧化钠试液，pH 9.6

缓冲液用 0.2 mol/L 硼酸-0.2 mol/L 氯化钾试液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 36.85 ml 加水，配成 200 ml 溶液。

硼酸-氯化钾-氢氧化钠试液，pH 9.8

缓冲液用 0.2 mol/L 硼酸-0.2 mol/L 氯化钾试液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 40.80 ml 加水，配成 200 ml 溶液。

硼酸-氢氧化钠缓冲液，pH 8.4

2.474 g 硼酸加稀氢氧化钠试液溶解，配成 100 ml 溶液。

硼酸钠 (pH 测定用)

硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ [特级]

水合三氯乙醛 $\text{CCl}_3\text{CH}(\text{OH})_2$ [1 级]

水合肼 $\text{NH}_2\text{NH}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ [特级]

聚乙二醇 20 M

用于气相色谱上的优质物质。

甲醛 HCHO [特级]

甲醛定量用的醋酸-醋酸铵缓冲液，pH 6.5

醋酸-醋酸铵缓冲液，pH 6.5，见甲醛定量用。

迈尔生物碱试液

1.358 g 氯化汞加 60 ml 水溶解，另外 5 g 碘化钾加 10 ml 水溶解，混合两溶液，再加水配成 100 ml 溶液。

氯化镁试液

5.5 g 氯化镁和 7 g 氯化铵加 65 ml 水溶解，加 35 ml 氨试液，装入密塞瓶中，放置数日过滤，溶液不澄清透明时，于使用前过滤。

镁粉 Mg[1 级]

马来酸 $\text{CH}(\text{COOH})\text{:CH}(\text{COOH})$

白色粉末，无气味。本品 1 g 溶解于 1.5 ml 水、2 ml 乙醇以及 12 ml 乙醚中。
熔点：132~140°。

马来酸缓冲液，pH 7.0

1.218 g 马来酸加少量水溶解，加入 20 ml 氢氧化钠试液后，加水配成 100 ml 溶液。

马来酸二正-丁酯 $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_4$

无色油状液体，不溶于水。沸点：约 300°。相对密度： d_4^{20} ：1.000。
作为气相色谱用的液相，适用于卤代烃、低碳烃的分析。
限界使用温度：60°。

豆蔻酸 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$

将化妆品原料“豆蔻酸”在甲醇中三次重结晶制取。
白色结晶固体，溶于无水乙醇、乙醚、苯和氯仿。
熔点：53.9~58.5°，沸点：248.5~250.5°/100 mmHg，相对密度： d_4^{25} ：0.8622，
折射率 n_D^{60} ：1.4305，酸价：245.7。

甲醇-苯-硫酸试液

将 2 ml 硫酸小心地加入 230 ml 甲醇、苯（3:1）混合液中。

扁桃酸 (Mandelic Acid) $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$ [α -羟基苯乙酸]

无色板状结晶。熔点：133°。

无酸乙醇

见乙醇，无醛。

无水亚硫酸钠

见亚硫酸钠，无水。

无水乙醇

见乙醇，无水。

无水乙醚

见乙醚，无水。

无水氯化钙

见氯化钙，无水。

无水醋酸 $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ [特级]

无水醋酸钠

见醋酸钠，无水。

无水醋酸-吡啶试液

将 25 g 醋酐放入 100 ml 容量瓶中，加吡啶配制 100 ml 溶液。充分混合，不接触

外界避光保存。该溶液在保存中着色，但使用无妨。

无水碳酸钾

见碳酸钾，无水。

无水碳酸钠

见碳酸钠，无水。

无水邻苯二甲酸

见邻苯二甲酸，无水。

无水吡啶

见吡啶，无水。

无水硫酸铜

见硫酸铜，无水。

无水硫酸钠

见硫酸钠，无水。

无水磷酸氢钠

见磷酸氢钠，无水。

无砷锌

见锌，无砷。

甲醇 CH_3OH [甲醇，特级]

甲醇，费休 (Karl Fischer) 试剂用 5 g 镁粉加 1000 ml 甲醇，用附有氯化钙管的回流冷却器加热，加 0.1 g 氯化汞促进反应，气体停止发生后，避免潮气，蒸馏甲醇。防潮保存。

1 ml 本品中的水分要求在 0.5 mg 以下。

偏磷酸 HPO_3 [特级]

甲基黄 $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_3$ [甲基黄 (对-二甲胺基偶氮苯)，特级]

甲基黄试液

0.1 g 甲基黄加 200 ml 乙醇溶解。

甲基橙 $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ [特级]

变色范围 pH (红) 3.1~4.4 (橙黄)。

甲基橙试液

0.1 g 甲基橙加 100 ml 水溶解，过滤。

甲基橙-二甲苯 cyanolFF 试液

1 g 甲基橙和 1.4 g 二甲苯 cyanolFF 加 500 ml 稀乙醇溶解。

甲基绿 [特级]

吸水比 (A 615/A 645) 0.92~1.03。

甲基绿试液

0.2 g 甲基绿加乙醇溶解，配成 100 ml 溶液。避光保存。

聚甲基硅氧烷 (GE-SE 30)

气相色谱用无色油状液体，不溶于水。相对密度: d_{25}^{25} : 0.850~1.050。

本品作为气相色谱用的液相, 适用于生物碱、类固醇等的分析。

界限使用温度: 300°。

甲基紫

用甲基品红盐酸盐。

甲基紫试液

见甲基品红盐酸盐试液。

甲基红 $C_{15}H_{15}N_3O_2$ [特级]

变色范围 pH (红) 4.2~6.2 (黄)。

甲基红试液

0.1 g 甲基红加 100 ml 乙醇溶解, 过滤。

甲基红-亚甲基蓝试液

0.1 g 甲基红和 0.1 g 亚甲基蓝加乙醇溶解。配制 100 ml 溶液。避光保存。

亚甲基蓝 $C_{16}H_{18}ClSN_3 \cdot 3 H_2O$ [特级]

亚甲基蓝-高氯酸钾试液

在摇混 500 ml 高氯酸钾溶液 (1→1000) 的情况下滴加亚甲基蓝溶液 (1→100) 直至产生略微浑浊为止。溶液放置后过滤其上清液。

亚甲基蓝试液

0.1 g 亚甲基蓝加 100 ml 乙醇溶解, 若有必要可过滤。

亚甲基蓝试液, 酸性

将 12 g 硫酸小心注入 500 ml 水中, 冷却。在该溶液中加入 0.03 g 亚甲基蓝和 50 g 无水硫酸钠溶解, 加水配成 1000 ml 溶液。

薄荷醇 $C_{10}H_{20}O$ [L-薄荷醇或 dL-薄荷醇, 化妆品原料标准]

乙醇胺 $NH_2CH_2CH_2OH$ [1 级]

氯乙酸 $CH_2ClCOOH$ [特级]

氯乙酸缓冲液

9.45 g 氯乙酸和 2.0 g 氢氧化钠 (NaOH 以 100% 计) 配制 100 ml 溶液。

钼钨酸钠-氯试液

10 g 钨酸钠和 2.5 g 钼酸钠加 80 ml 水溶解, 再加 5 ml 磷酸和 10 ml 盐酸, 装置回流冷却器, 在水浴上加热 10 小时。冷却后加 15 g 硫酸锂、5 ml 水和 5 滴溴试液, 放置 2 小时。在不装回流冷却器的情况下加热 15 分钟, 除去多余的溴。冷却后, 过滤, 加水配成 100 ml 溶液。

该试液保管在阴暗处, 四个月内使用。该液显黄色, 若带有绿色不可使用。

钼酸液 $(NH_4)_8Mo_7O_{24} \cdot 4 H_2O$ [特级]

钼酸铵试液 (10%)

21.2 g 钼酸铵加水溶解, 配成 200 ml 溶液。保存在聚乙烯瓶里。

钼酸钠 $Na_2MoO_4 \cdot 2 H_2O$ [特级]

吗啉 $NH(CH_2)_2OCH_2CH_2$

吗啉试液

10 ml 新蒸馏的吗啉加 90 ml 无水甲醇。

碘化锌淀粉纸

将定量分析用滤纸浸没在新配制的碘化锌淀粉试液中，而后在没有酸性或碱性的蒸汽室内干燥制成。放入带塞的瓶中，避光避潮保存。

碘化锌淀粉试液

加热煮沸 100 ml 水，而后加入碘化钾 0.75 g 溶解于 5 ml 水的溶液，再加入 2 g 氯化锌溶解于 10 ml 水的溶液，在沸腾与搅拌下加入 5 g 淀粉于 30 ml 水中所形成的均匀悬浊液。煮沸 2 分钟后冷却。密塞保存于冷处。

1 ml 0.1 mol/L 亚硝酸钠溶液、500 ml 水及 10 ml 盐酸的混合液用玻璃棒浸沾，当玻璃棒上的液体接触本试液时，明显呈现蓝色。

碘化钾 KI[特级]

碘化钾试液 (1 N)

16.5 g 碘化钾加水溶解，配成 100 ml 溶液。避光保存。

碘化钾淀粉纸

将滤纸浸没在新配制的碘化钾淀粉试液中，在没有酸性或碱性的蒸汽室内干燥制备。放入带塞瓶中。避光避潮保存。

碘化钾淀粉试液

0.5 g 碘化钾溶解于新配制的 100 ml 淀粉试液中，使用时配制。

碘化汞钾试液

见迈尔生物碱试液

碘化氢 HI[特级]

HI 含量 52% 以上。

碘化钠 NaI[特级]

碘 I₂[特级]

碘液 (1 N)

见碘试液，1 N。

碘试液，1 N

12.7 g 碘和 25 g 碘化钾加 10 ml 水充分摇混后，补加水配成 100 ml 溶液。

碘试液 (0.1 N)

14 g 碘加 100 ml 碘化钾溶液 (4→10) 溶解，加 1 ml 稀盐酸和水配成 1000 ml 溶液。避光保存。

碘试液，稀释

4 容量水加 1 容量碘试液。

碘酸钾 KIO₃[特级]

碘酸钾 (标准试剂) KIO₃[容量分析用标准试剂，碘酸钾]

赖纳克盐 (Reinecke's salt) $\text{NH}_4[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$ [1 级]

赖纳克盐试液

0.5 g 赖纳克盐加 20 ml 水，1 小时内不断摇混后过滤。2 日内使用。

月桂酸 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$

白色结晶粉末或无色透明液体，不溶于水，但溶于苯、乙醚。1 g 本品可溶于 1 ml 乙醇、2.5 ml 丙醇中。

熔点：44~45°。相对密度 d_4^{45} ：0.869。沸点：225°/100 mmHg。折射率 n_D^{25} ：1.4183。

月桂基硫酸钠 $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ [化妆品原料标准]

蛋白

用新鲜的鸡蛋白。

溶菌酶标准品

使用溶菌酶 [国立卫生试验所标准品]

石蕊纸，蓝色

见蓝色石蕊纸。

石蕊纸，红色

见红色石蕊纸。

硫化铵试液 [硫化铵溶液，无色，1 级]

装满于避光小瓶后保存。

硫化氢 H_2S

为无色有毒气体，比空气重，溶于水。将稀硫酸或稀盐酸作用于硫化铁制取。当用稀酸作用时，若以其他硫化物也能产生硫化氢，则可代用。

硫化氢试液

为硫化氢饱和溶液。将硫化氢通入冷水而制备。几乎装满于避光瓶后，保存于阴凉处。

硫化钠 $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

硫化钠试液

10 ml 水和 30 ml 甘油的混合液溶解 5 g 硫化钠。或 30 ml 水和 90 ml 甘油的混合液溶解 5 g 氢氧化钠，在其一半容量里饱和冷的硫化氢，将其与剩下一半容量的前溶液混合，几乎装满于避光瓶后保存。配制后三个月内使用。

硫酸 H_2SO_4 [特级]

H_2SO_4 含量为 95% 以上。

硫酸 (94.5~95.5%) H_2SO_4

以水调节硫酸为 94.5~95.5%。保存中或经常使用时若其浓度变化，需重新配制。

硫酸，稀释 (10%)

将 5.7 ml 硫酸小心地加入 10 ml 水中，冷却后加水配成 100 ml 溶液。

硫酸锌 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ [特级]

硫酸锌试液

10 g 硫酸锌加水溶解，配成 100 ml 溶液。

硫酸铵 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ [特级]

硫酸钾 K_2SO_4 [特级]

硫酸钾试液

1 g 硫酸钾加水溶解，配成 100 ml 溶液。

硫酸银 Ag_2SO_4 [特级]

硫酸氢钾 $KHSO_4$ [特级]

硫酸亚铁 $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$ [特级]

硫酸亚铁试液

8 g 硫酸亚铁加煮沸冷却了的 100 ml 水溶解。使用时配制。

硫酸亚铁试液，酸性 (0.25 N)

7 g 硫酸亚铁加新煮沸冷却了的 90 ml 水溶解，加硫酸配成 100 ml 溶液。

用 0.1 N 高锰酸钾溶液经常标定其滴定度。

硫酸亚铁铵 $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$ [硫酸亚铁铵(莫尔盐)，特级]

硫酸汞试液 (德尼格试液, Denige's reagent)

5 g 黄色氧化汞加 40 ml 水，边搅混边缓缓加入 20 ml 硫酸，再加入 40 ml 水搅混直到溶解为止。

硫酸高铈铵 $Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)_2SO_4 \cdot 4 H_2O$ [特级]

硫酸铁 $Fe_2(SO_4)_3 \cdot NH_2$ [特级]

硫酸铁试液

50 g 硫酸铁加入约 500 ml 水充分摇混，然后加入 200 ml 硫酸充分摇混溶解，再加水配成 1000 ml 溶液。

硫酸铁铵 $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24 H_2O$ [硫酸铁铵(铁明矾)，特级]

硫酸铁铵试液

8 g 硫酸铁铵加水溶解，配成 100 ml 溶液。

硫酸铁铵试液，1 N 盐酸 1 ml 加 20 ml 硫酸铁铵试液，和水配成 100 ml 溶液。

硫酸铜 $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ [硫酸铜(结晶)，特级]

硫酸铜，无水 $CuSO_4$ [1 级]

硫酸铜试液 (1 N)

12.5 g 硫酸铜加水溶解，配成 100 ml 溶液。

硫酸铜-吡啶试液 4 g 硫酸铜加 90 ml 水溶解，加吡啶 30 ml。使用时配制。

硫酸钠 $Na_2SO_4 \cdot 10 H_2O$ [硫酸钠(结晶)，特级]

硫酸钠无水 Na_2SO_4 [硫酸钠(无水)，特级]

硫酸肼 $(NH_2)_2H_2SO_4$ [特级]

硫酸镁 $MgSO_4 \cdot 7 H_2O$ [特级]

硫酸镁试液 (1 N)

12 g 硫酸镁加水溶解，配成 100 ml 溶液。硫酸镁试液牙膏用。

0.5 g 硫酸镁加水溶解，配成 100 ml 溶液。

硫酸锰 $MnSO_4 \cdot n H_2O$ [特级]

硫酸锰试液

90 g 硫酸锰加入约 200 ml 水, 约 175 ml 磷酸及约 350 ml 稀硫酸 (1→2) 溶解, 加水配成 1000 ml 溶液。

硫酸锂 $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

为白色结晶或结晶性粉末, 易溶于水, 几乎不溶于乙醇。

本品水溶液 (1→10) 显中性。灼烧失重为 14~15%。

石蜡油 [日本药典, 轻质流动石蜡]

磷酸 H_3PO_4 [特级]

磷酸盐缓冲液, pH 6.2

7.256 g 磷酸二氢钾和 1.893 g 无水磷酸氢钠加水溶解, 配成 1000 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 6.3

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 10.57 ml 混合, 加水配成 200 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 6.5

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 15.20 ml 混合, 加水配成 200 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 6.8

加水溶解 3.40 g 磷酸二氢钾和 3.55 g 无水磷酸氢钠, 配成 1000 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 6.9

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 26.57 ml 混合, 加水配成 200 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 7.0

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 29.54 ml 混合, 加水配成 200 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 7.5

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 41.20 ml 混合, 加水配成 200 ml 溶液。

磷酸盐缓冲液, pH 8.0

缓冲液用 0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液 50 ml 和 0.2 N 氢氧化钠溶液 55.54 ml 混合, 加水配成 200 ml 溶液。

磷酸氢铵钠 $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [磷酸氢铵钠 (磷盐), 特级]

磷酸氢二铵 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ [磷酸二铵, 特级]

磷酸氢二钾 K_2HPO_4 [特级]

磷酸氢二钠 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ [特级]

磷酸氢二钠 无水 Na_2HPO_4 [磷酸二钠 (无水), 特级]

磷酸氢二钠 无水 (pH 测定用) Na_2HPO_4 [磷酸二钠 (无水), pH 测定用]

磷酸氢二钠试液 (1 N)

12 g 磷酸氢二钠加水溶解, 配成 100 ml 溶液。

0.5 mol/L 磷酸氢二钠试液

70.98 g 无水磷酸氢二钠加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

0.05 mol/L 磷酸氢二钠试液

7.098 g 无水磷酸氢二钠加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

磷酸二氢钾 KH_2PO_4 [磷酸一钾，特级]

磷酸二氢钾 (pH 测定用) KH_2O_4 [磷酸一钾，pH 测定用]

0.2 mol/L 磷酸二氢钾溶液，缓冲液用

27.218 g 磷酸二氢钾 (pH 测定用) 加水溶解，配成 1000 ml 溶液。

磷酸二氢钠 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [磷酸一钠，特级]

磷钨酸 $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 24\text{WO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [特级]

磷钼酸 $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 24\text{MoO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [特级]

间苯二酚 $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$ [1 级]

间苯二酚试液

0.1 g 间苯二酚加 10 ml 盐酸溶解。使用时配制。

凡士林 [日本药典，黄色凡士林或白色凡士林]

(三) 容量分析用标准溶液

0.1 mol/L 锌溶液

1000 ml 锌溶液中含有 6.538 g 锌 (Zn ; 65.38)。

配制：除去锌 (标准试剂) 表面的氧化膜，在 6.538 g 的锌中加入 80 ml 稀盐酸和 2.5 ml 溴试液，平缓加温溶解，煮沸除去过量的溴，加水准确配成 1000 ml 溶液。

0.5 N 亚硝酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 34.500 g 亚硝酸钠 (NaNO_2 ; 69.00)。

配制：36.0 g 亚硝酸钠加水溶解，配成 1000 ml 溶液，进行如下标定。

标定：将氨基磺酸 (标准试剂) 在干燥器 (减压，硅胶) 内干燥 48 小时，精确称量约 0.25 g，加 5 ml 盐酸和 50 ml 水溶解，于 15° 以下冷却后，加入碎冰 25 g，边搅混边用配制好的亚硝酸钠溶液滴定，计算摩尔浓度系数。滴定终点：滴加亚硝酸钠溶液一分钟后以玻璃棒沾上被滴定液，并用其末端接触碘化锌淀粉纸，当立即呈现蓝色时即为终点。

0.5 N 亚硝酸钠溶液 1 ml = 48.550 mg HOSO_2NH_2

注意：避光保存。长期保存的溶液在使用时需重新标定。

0.1 mol/L 亚硝酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 6.900 g 亚硝酸钠 (NaNO_2 ; 69.0)。

配制：7.5 g 亚硝酸钠加水溶解，配成 1000 ml 溶液，按下法标定。

标定：将氨基磺酸 (标准试剂) 在干燥器 (减压，硅胶) 中干燥 2 日，精确称量约 0.25g。

加 5 ml 盐酸和 50 ml 水溶解, 于 15°以下冷却后, 加入 25 g 碎冰, 边搅拌边用配制好的亚硝酸钠溶液滴定, 计算摩尔浓度系数。滴定终点: 滴加亚硝酸钠溶液一分钟后以玻璃棒沾上被滴定液, 并用棒端接触碘化锌淀粉纸, 当立即呈现蓝色时即为终点。

0.1 M 亚硝酸钠溶液 1 ml = 9.710 mg HOSO_2NH_2

注意: 避光保存。长期保存的溶液使用时需重新标定。

0.05 mol/L EDTA 二钠溶液

1000 ml 溶液中含有 18.612 g EDTA 二钠 ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 372.24)。

配制: 19 g EDTA 二钠加水溶解, 并配成 1000 ml 溶液, 按下法进行标定。

标定: 除去锌 (标准试剂) 表面的氧化膜, 精确称取约 0.8 g, 加入 10 ml 稀盐酸和 5 滴溴试液, 缓缓加温溶解, 煮沸除去过量的溴后加水准确配成 100 ml 溶液。准确量取这种溶液 10 ml, 加入氢氧化钠溶液 (1→50) 调成中性, 加入 5 ml pH 为 10 的氨-氯化铵缓冲液和 0.05 g 铬黑 T-氯化钠指示剂, 以配制好的 EDTA 二钠溶液滴定到溶液的颜色由红紫色转为蓝色为止, 计算摩尔浓度系数。

0.05 mol/L EDTA 二钠溶液 1 ml = 3.2685 mg 锌

0.02 mol/L EDTA 二钠溶液

1000 ml 溶液中含有 7.445 g EDTA 二钠 ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 372.24)。

配制: 7.5 g EDTA 二钠加水溶解, 并配成 1000 ml 溶液, 作如下标定。

标定: 以标定 0.05 mol/L EDTA 二钠溶液为准。精确称取约 0.3 g 锌 (标准试剂), 加 5 ml 稀盐酸和 5 滴溴试液, 以下按同样操作进行。

0.02 mol/L EDTA 二钠溶液 1 ml = 1.3076 mg 锌

0.01 mol/L EDTA 二钠溶液

1000 ml 溶液中含有 3.7224 g EDTA 二钠 ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 372.24)。

配制: 使用时将 0.02 mol/L EDTA 二钠溶液加水准确地稀释为其体积的二倍。

0.004 mol/L 氯化苄杀镭

1000 ml 溶液中含有 1.7924 g 氯化苄杀镭 ($\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2$; 448.09)。

配制: 换算纯度, 称取相当于 1.79 g 纯氯化苄杀镭的氯化苄杀镭的量, 加水溶解, 配成 1000 ml 氯化苄杀镭溶液。

标定: 准确量取 10 ml 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液于 100 ml 的带塞量筒内, 加入 25 ml 酸性甲基蓝、15 ml 氯仿和 20 ml 水, 用配制好的氯化苄杀镭溶液滴定。按照阴离子表面活性剂定量法 (第 1 法) 进行, 用 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液校正配制好的氯化苄杀镭溶液的滴定量。

0.05 mol/L 氯化镁溶液

1000 ml 溶液中含有 10.166 g 氯化镁 ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 293.30)。

配制: 10.17 g 氯化镁加新煮沸冷却了的水配成 1000 ml 溶液, 进行以下的标定。

标定: 准确量取配制好的 25 ml 氯化镁溶液, 加 50 ml 水、3 ml pH 为 10 的氨-氯化铵缓冲液和 0.05 g 铬黑 T-氯化钠指示剂, 用新标定的 0.05 mol/L EDTA 二钠溶液滴定, 计算摩尔浓度系数。在接近滴定终点时缓慢滴定, 当溶液的颜色由红紫色变为蓝色时为滴定终点。

2 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 72.92 g 盐酸 (HCl; 36.46)。

配制: 180 ml 盐酸加水配成 1000 ml 溶液, 进行如下标定。

标定: 按 1 N 盐酸标定法进行。精密称量约 2.6 g 碳酸钠 (标准试剂), 加 100 ml 水溶解, 滴定。

1 ml 2 N 盐酸 = 105.99 mgNa₂CO₃

1 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 36.461 g 盐酸 (HCl; 36.46)。

配制: 90 ml 盐酸加水配成 1000 ml 溶液, 按以下的标定进行。

标定: 将碳酸钠 (标准试剂) 于 500~650°下加热 1 小时, 在干燥器 (硅胶) 中冷却, 精确称重约 1.3 g 碳酸钠, 加入 50 ml 水溶解, 再加进 3 滴甲基红试液, 以配制好的盐酸滴定, 计算当量浓度系数。注意煮沸溶液, 松开塞子, 当冷却时溶液呈现持续橙色~橙红色时即为滴定终点。

1 ml 1 N 盐酸 = 52.99 mgNa₂CO₃

0.5 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 18.230 g 盐酸 (HCl; 36.46)。

配制: 45 ml 盐酸加水配制成 1000 ml 溶液。进行如下标定。

标定: 按 1 N 盐酸的标定为准。精确称取约 0.5 g 碳酸钠 (标准试剂), 加 50 ml 水溶解, 滴定。

1 ml 0.5 N 盐酸 = 26.497 mgNa₂CO₃

0.2 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 7.292 g 盐酸 (HCl; 36.46)。

配制: 18 ml 盐酸加水配成 1000 ml 溶液, 进行以下的标定。

标定: 按 1 N 盐酸的标定进行。精确称取约 0.3 g 碳酸钠 (标准试剂), 加 30 ml 水溶解, 滴定。

1 ml 0.2 N 盐酸 = 10.599 mgNa₂CO₃

0.1 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 3.6461 g 盐酸 (HCl; 36.46)。

配制: 9.0 ml 盐酸加水配成 1000 ml 溶液, 进行以下的标定。

标定: 按 1 N 盐酸的标定进行。精确称重约 0.15 g 碳酸钠 (标准试剂), 加水 30 ml 溶解, 滴定。

1 ml 0.1 N 盐酸 = 5.299 mg Na_2CO_3

0.05 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 1.8230 g 盐酸 (HCl ; 36.46)。

配制: 使用时, 加水准确稀释 1 N 盐酸体积的 20 倍。

0.02 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 0.7292 g 盐酸 (HCl ; 36.46)。

配制: 使用时, 加水准确稀释 0.1 N 盐酸体积的 5 倍。

0.01 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 0.36461 g 盐酸 (HCl ; 36.46)。

配制: 使用时, 加水准确稀释 0.1 N 盐酸体积的 10 倍。

0.001 N 盐 酸

1000 ml 溶液中含有 0.036461 g 盐酸 (HCl ; 36.46)。

配制: 使用时, 加水准确地稀释 0.1 N 盐酸体积的 100 倍。

0.1 N 盐酸-甲醇溶液

1000 ml 溶液中含有 3.6461 g 盐酸 (HCl ; 36.46)。

配制: 9.0 ml 盐酸加甲醇配成 1000 ml 溶液。

标定: 将碳酸钠 (标准试剂) 于 $500\sim 650^\circ$ 加热 40~50 分钟后, 于干燥器 (硅胶) 中放冷, 精确称量约 1.5 g, 加 30 ml 水溶解, 加 3 滴甲基红试液, 以配制好的盐酸、甲醇溶液滴定, 计算当量浓度系数。将溶液置于沸腾水浴上, 注意沸腾, 当松开塞子冷却时, 溶液呈现持续的橙色~橙红色即为滴定终点。

1 ml 0.1 N 盐酸-甲醇溶液 = 5.299 mg Na_2CO_3

0.1 N 高 氯 酸

1000 ml 溶液中含有 10.046 g 高氯酸 (HClO_4 ; 100.46)。

配制: 将 8.5 ml 高氯酸保持在 30° 以下缓缓地加到 800 ml 非水滴定用冰醋酸中。放置数小时后加入 30 ml 醋酐摇混, 再加非水滴定用冰醋酸配成 1000 ml 溶液, 放置 2 日后作如下标定。

标定: 将邻苯二甲酸氢钾 (标准试剂) 于 110° 干燥 4 小时, 在干燥器 (硅胶) 中放冷, 精密地称其重约为 0.7 g, 加 80 ml 非水滴定用冰醋酸溶解, 加 5 滴甲基品红盐酸盐试液, 以配制好的高氯酸滴定到显蓝色为止。计算当量浓度系数。用同样方法作空

白试验进行校正。

1 ml 0.1 N 高氯酸溶液 = 20.422 mg $C_8H_5KO_4$

注意：避潮，保存于冷处。

0.05 N 高氯酸

1000 ml 溶液中含有 5.023 g 高氯酸 ($HClO_4$: 100.46)。

配制：使用时在 0.1 N 高氯酸中加非水滴定用冰醋酸，准确地稀释为 2 倍容量。

0.1 N 高氯酸-二噁烷溶液

1000 ml 溶液中含有 10.046 g 高氯酸 ($HClO_4$: 100.46)。

配制：加二噁烷于 8.5 ml 高氯酸中并配成 1000 ml 溶液，作如下标定。

标定：将邻苯二甲酸氢钾于 110°干燥 4 小时，于干燥器（硅胶）中放冷，精确称重约 0.7 g，加入 50 ml 非水滴定用冰醋酸溶解，加 3 滴甲基红试液，用配制好的高氯酸-二噁烷溶液滴定到仅呈现红色时为止，计算当量浓度系数。用同样方法作空白试验进行校正。

1 ml 0.1 N 高氯酸-二噁烷 = 20.422 mg $C_8H_5KO_4$

0.004 N 高氯酸-二噁烷溶液

1000 ml 溶液中含有 0.4018 g 高氯酸 ($HClO_4$: 100.46)。

配制：使用时，加二噁烷准确地稀释 0.1 N 高氯酸-二噁烷溶液体积的 25 倍。

0.01 N 高氯酸钡溶液

1000 ml 溶液中含有 1.6812 g 高氯酸钡 [$Ba(ClO_4)_2$: 336.23]。

配制：加 200 ml 水溶解 1.7 g 高氯酸钡，加异丙醇配成 1000 ml 溶液，进行如下标定。

标定：准确量取 20 ml 配制好的高氯酸钡溶液，加 55 ml 甲醇和 0.15 ml 偶氮砷Ⅲ试液，以 0.01 N 硫酸滴定，计算当量浓度系数。溶液颜色由紫色经红紫色变为红色时为滴定终点。

0.1 N 高锰酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 3.1607 g 高锰酸钾 ($KMnO_4$: 158.03)。

配制：3.2 g 高锰酸钾加水溶解配成 1000 ml 溶液，煮沸 15 分钟，在密塞的烧瓶里放置 2 日以上后用玻璃过滤器（G 3 或 G 4）过滤，进行以下标定。

标定：将草酸钠（标准试剂）于 300°干燥 1 小时，于干燥器（硅胶）中放冷，精确称其重约 0.3 g 放在烧杯里，煮沸 10~15 分钟，加入冷却为 $27 \pm 3^\circ$ 的 250 ml 稀硫酸（1→20）溶解，将配制好的高锰酸钾溶液注入带塞的滴定管中，然后慢慢地在搅混下以每分钟 25~35 ml 的速度加入 40 ml 高锰酸钾溶液，放置到溶液的红色消退为止。在 55~60°加热，继续滴定，滴定到呈现的淡红色持续 30 秒钟为止，计算当量浓度系数。滴定

终点前的 0.5~1 ml, 需注意滴加, 高锰酸钾溶液的颜色消失以后的下一滴为滴定终点。

0.1 N 高锰酸钾溶液 1 ml = 6.700 mg 草酸钠

注意: 避光保存, 长期保存后使用时需重新标定。

0.01 N 高锰酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 0.31607 g 高锰酸钾 (KMnO_4 : 158.03)。

配制: 使用时加水准确地稀释 0.1 N 高锰酸钾溶液体积的 10 倍。

0.02 mol/L 乙二醇醚二胺四乙酸溶液

1000 ml 溶液中含有 7.607 g 乙二醇醚二胺四乙酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{24}\text{O}_{10}\text{N}_2$: 380.35)。

配制: 加 35 ml 氢氧化钠溶液 (1→20) 溶解 7.6 g 乙二醇醚二胺四乙酸, 再加水准确配制 1000 ml, 进行以下的标定。

标定: 除去锌 (标准试剂) 表面的氧化膜后, 精确称量约 0.3 g, 加入 5 ml 稀盐酸和 5 滴溴试液, 缓慢加热溶解, 煮沸除去过量的溴, 加水配成 100 ml 溶液。取其 10 ml, 加入氢氧化钠溶液 (1→50) 调节为中性, 加入 0.2 g 乙二胺四乙酸二钠溶解, 再加入 5 ml pH 为 10.7 的氨-氯化铵缓冲液和 0.05 g 铬黑 T-氯化钠指示剂, 用配制好的乙二醇醚二胺四乙酸溶液滴定上述溶液, 当溶液颜色由红紫色变为蓝色即终结滴定, 计算摩尔浓度系数。用同样方法作空白试验进行校正。

0.02 mol/L 乙二醇醚二胺四乙酸 1 ml = 1.3076 mg 锌

0.02 mol/L 醋酸锌溶液

1000 ml 溶液中含有 4.390 g 醋酸锌 [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 219.50]。

配制: 加 20 ml 水和 2 ml 稀醋酸溶解 4.43 g 醋酸锌, 加水准确配制 1000 ml 溶液, 作以下的标定。

标定: 准确量取 20 ml 新标定的 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液, 加入 50 ml 水、3 ml pH 为 10.7 的氨-氯化铵缓冲液及 0.05 g 铬黑 T-氯化钠指示剂, 以配制好的醋酸锌溶液滴定, 计算摩尔浓度系数。滴定终点以溶液颜色由蓝色变为蓝紫色为准。

0.01 mol/L 醋酸锌溶液

1000 ml 溶液中含有 2.1950 g 醋酸锌 [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 219.49]。

配制: 使用时加水准确稀释 0.02 mol/L 醋酸锌溶液体积的 2 倍。

0.01 N 醋酸汞溶液

1000 ml 溶液中含有 1.5984 g 醋酸汞 [$\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$: 318.68]。

配制: 1.6 g 醋酸汞加 60 ml 稀释了的稀硝酸 (1→10) 溶解, 加水配成 1000 ml 溶液, 进行以下标定。

标定: 于 500~560° 将氯化钠 (标准试剂) 干燥 40~50 分钟后, 放在干燥器 (硅

胶)内冷却,精确称取其重量约0.58 g,加水溶解,定容为1000 ml。取20 ml该溶液,加1滴溴酚蓝试液,然后再滴加稀硝酸直至溶液呈现黄色为止,加入0.5 ml稀硝酸、100 ml甲醇及1 ml联苯卡巴脲试液,在充分摇混下用配好的醋酸汞溶液滴定,计算当量浓度系数。滴定终点是以溶液由淡黄色变为红紫色时为准。

0.01 N 醋酸汞溶液 1 ml = 0.5844 mgNaCl

0.1 N 醋酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 8.203 g 醋酸钠 (CH_3COONa ; 82.03)。

配制: 8.20 g 无水醋酸钠加冰醋酸溶解,定容为1000 ml溶液,进行以下标定。

标定: 准确量取配制好的25 ml醋酸钠溶液,加入50 ml冰醋酸和1 ml α -萘酚苯甲醇试液,以0.1 N高氯酸滴定到溶液由黄褐色经黄色而呈现绿色时为止。计算当量浓度系数。用同样方法作空白试验进行校正。

0.1 N HClO_4 1 ml = 8.203 mg CH_3COONa

0.1 N 三氯化钛溶液

1000 ml 溶液中含有 15.426 g 三氯化钛 (TiCl_3 ; 154.24)。

配制: 加75 ml盐酸于100 ml三氯化钛(15%)溶液中,加入新煮沸而冷却过的水定容至1000 ml,注入带量管的避光瓶中,用氢气置换空气,放置2日以上。使用时,进行以下标定。

标定: 称取3 g硫酸亚铁铵于500 ml广口三角烧瓶中,边通入二氧化碳边加入煮沸冷却过的50 ml水溶解,加入25 ml稀硫酸(27→100),在通入二氧化碳的情况下迅速地加入40 ml 0.1 N高锰酸钾溶液。而后再加入配制好的三氯化钛溶液,直到几乎接近终点时,立即加入5 g硫氰酸铵,以三氯化钛溶液滴定,计算当量浓度系数。滴定终点以溶液的颜色消失为准。用同样的方法作空白试验进行校正。

注意: 以氢气置换空气保存。

0.004 mol/L 溴化十六烷基吡啶溶液

1000 ml 溶液中含有 1.5378 g 溴化十六烷基吡啶 ($\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{BrN}$; 384.44)。

配制: 换算纯度,称取相当于1.54 g纯溴化十六烷基吡啶的溴化十六烷基吡啶,加水溶解,定容为1000 ml溶液。

标定: 准确量取10 ml 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液放入100 ml的带塞量筒内,加入5 ml酸性甲基蓝和15 ml氯仿,用配制好的溴化十六烷基吡啶溶液滴定。按照阴离子表面活性剂定量法(第1法)进行滴定。用0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液对配制好的溴化十六烷基吡啶溶液的滴定量进行校正。

0.004 mol/L 溴化十六烷基吡啶溶液 1 ml = 1.1535 mg $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$

注意: 配制好的溶液颜色必须无色。

0.1 N 重铬酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 4.903 g 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; 294.18)。

配制: 将重铬酸钾 (标准试剂) 研成粉末, 于 $100\sim 110^\circ$ 干燥 3~4 小时, 于干燥器 (硅胶) 内冷却, 准确称其重约为 4.903 g, 加水溶解, 准确定容至 1000 ml 溶液, 计算当量浓度系数。

0.1 N 草酸溶液

1000 ml 溶液中含有 6.304 g 草酸 ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 126.07)。

配制: 6.3 g 草酸加水溶解, 定容为 1000 ml 溶液, 进行如下标定。

标定: 准确量取 25 ml 配制好的草酸溶液于 500 ml 的烧杯中, 煮沸 10~15 分钟, 将冷却为 $27\pm 3^\circ$ 的稀硫酸 (1→20) 200 ml 注入, 另将新标定的 0.1 N 高锰酸钾溶液加入带塞的滴定管中, 在缓缓搅混之下以每分钟 25~35 ml 速度加入, 放置到溶液红色消失为止。然后加热到 $55\sim 60^\circ$ 继续滴定, 直到溶液呈现淡红色并持续 30 秒钟为止。计算当量浓度系数。终点前的 0.5~1 ml 注意滴加, 当高锰酸钾溶液的颜色刚消退后, 补加 1 滴。

注意: 避光保存。

0.01 N 草酸溶液

1000 ml 溶液中含有 0.6304 g 草酸 ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; 126.07)。

配制: 使用时, 加水准确地稀释 0.1 N 草酸体积的 10 倍。

0.1 N 溴溶液

1000 ml 溶液中含有 7.990 g 溴 (Br ; 79.910)。

配制: 加水溶解 3 g 溴酸钾和 15 g 溴化钾, 定容至 1000 ml, 进行以下标定。

标定: 准确量取 25 ml 配制好的溴溶液注入碘瓶里, 加入 120 ml 水和 5 ml 盐酸, 密塞缓缓摇混。

加 5 ml 碘化钾试液于上述溶液中, 再加盖密塞缓缓摇混, 放置 5 分钟后以 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定游离碘, 计算当量浓度系数。当溶液颜色接近终点呈现淡黄色时加入 3 ml 淀粉试液, 继续滴定到生成的蓝色消退时为止即为终点。用同样方法作空白试验, 进行校正。

0.1 N 溴酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 2.7835 g 溴酸钾 (KBrO_3 ; 167.00)。

配制: 2.8 g 溴酸钾加水溶解, 定容至 1000 ml。进行以下的标定。

标定: 准确量取 25 ml 配制好的溴酸钾溶液, 注入碘量瓶中, 加入 2 g 碘化钾和 5 ml 稀硫酸, 加盖密闭, 放置 5 分钟后, 加 100 ml 水, 用 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定游离碘, 计算当量浓度系数。当溶液接近终点呈现淡黄色时加入 3 ml 淀粉试液, 继续

滴定到生成的蓝色消失时为止即为终点。用同样方法作空白试验进行校正。

0.1 N 硝酸银溶液

1000 ml 溶液中含有 16.987 g 硝酸银 (AgNO_3 ; 169.87)。

配制: 17.5 g 硝酸银加水溶解, 定容为 1000 ml 溶液。作如下标定。

标定: 将氯化钠 (标准试剂) 于 $500\sim 650^\circ$ 干燥 1 小时, 在干燥器 (硅胶) 里放冷。准确称取其重约为 0.15 g, 加 50 ml 水和 1 ml 铬酸钾试液, 在摇动下以配制好的硝酸银溶液滴定到呈现的淡红褐色不褪时为止即为滴定终点。计算当量浓度系数。

0.1 N 硝酸银溶液 1 ml = 5.844 mgNaCl

注意: 避光保存。

0.01 N 硝酸银溶液

1000 ml 溶液中含有 1.6987 g 硝酸银 (AgNO_3 ; 169.87)。

配制: 使用时, 加水准确稀释 0.1 N 硝酸银溶液为其体积的 10 倍。

0.1 N 硝酸钍溶液

1000 ml 溶液中含有 12.00 g 硝酸钍 [$\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; 552.12]。

配制: 14 g 硝酸钍加水溶解, 定容至 1000 ml。使用时进行以下标定。

标定: 在 130° 干燥氟化钠 (标准试剂) 到恒重, 精确称其重约为 1 g, 加 100 ml 水溶解, 过滤。用 50 ml 水洗涤滤纸, 混合洗液和滤液, 加水定容为 500 ml, 作为试验溶液。量取 25 ml 试验溶液, 加 75 ml 水和 1 ml 茜素 S 试液。如果溶液呈现黄色, 加 0.1 N 氢氧化钠溶液直至成为红色为止。而后再加 0.1 N 盐酸直到溶液呈现橙色为止, 还加入 1 ml 一氯醋酸缓冲液, 以每秒钟 1~2 滴的速度用 0.1 N 硝酸钠溶液滴定。当溶液颜色与以下氟比较液显同色时为滴定终点。

氟比较液: 2.33 g 硝酸钍和 0.0279 g 铬酸钾加水溶解, 定容为 1000 ml。取此液 75 ml, 加试验液 25 ml 和 0.1 N 硝酸钍溶液 13 ml 摇混。

0.1 N 硝酸钍溶液 1 ml = 4.1988 mgNaF

1 N 氢氧化钾溶液

1000 ml 溶液中含有 56.11 g 氢氧化钾 (KOH ; 56.11)。

配制: 65 g 氢氧化钾加 950 ml 水溶解, 加进新配制的氢氧化钡饱和溶液直到沉淀不再产生为止。充分混匀液体, 注入密塞的容器里, 放置 24 小时后倾出上清液或用玻璃过滤器 (G 3 或 G 4) 过滤, 进行以下标定。

标定: 按照标定 1 N 氢氧化钠溶液的方法进行。

1 N 氢氧化钾溶液 1 ml = 97.09 mgHOSO₂NH₂

注意: 按照保存 1 N 氢氧化钠溶液的方法保存。

0.1 N 氢氧化钾溶液

1000 ml 溶液中含有 5.611 g 氢氧化钾 (KOH; 56.11)。

配制: 氢氧化钾 6.5 g 加水 950 ml 溶解, 加入新配制的氢氧化钡饱和溶液直到再生成沉淀为止。充分混匀液体, 注入密封的容器里, 放置 24 小时后, 倾出上清液或用玻璃过滤器 (G 3 或 G 4) 过滤, 进行如下标定。

标定: 按标定 0.1 N 氢氧化钠的方法进行。

0.1 N 氢氧化钾溶液 1 ml = 9.709 mgHOSO₂NH₂

注意: 按保存 1 N 氢氧化钠溶液的方法保存。

0.5 N 氢氧化钾-乙醇溶液

1000 ml 溶液中含有 28.055 g 氢氧化钾 (KOH; 56.11)。

配制: 35 g 氢氧化钾加 20 ml 水溶解, 加入无醛的乙醇定容为 1000 ml, 注入密封的容器里, 放置 24 小时, 迅速地将上清液倾至另外瓶里, 进行以下标定。

标定: 准确量取 0.5 N 硫酸 25 ml, 加入水 50 ml 和 2 滴酚酞试液, 用配制好的氢氧化钾-乙醇溶液滴定至溶液显淡红色时为止, 计算当量浓度系数。

注意: 密封保存在避光瓶里。使用时标定。

0.1 N 氢氧化钾-乙醇溶液

1000 ml 溶液中含有 5.611 g 氢氧化钾 (KOH; 56.11)。

配制: 7 g 氢氧化钾加水 20 ml 溶解, 加无醛的乙醇定容为 1000 ml, 注入密封的容器里, 放置 24 小时, 将上清液迅速倾至另外的瓶里, 进行标定。

标定: 按标定 0.5 N 氢氧化钾-乙醇溶液的方法进行。准确量取 0.1 N 硫酸 25 ml 进行滴定。

注意: 按保存 0.5 N 氢氧化钾-乙醇溶液的方法进行保存。

1 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液中含有 40.00 g 氢氧化钠 (NaOH; 40.00)。

配制: 42 g 氢氧化钠加水 50 ml 溶解, 加入新配制的氢氧化钡饱和溶液直至再生成沉淀时为止。充分混合溶液, 注入密封的容器里, 放置 24 小时后, 倾出上清液或用玻璃过滤器 (G 3 或 G 4) 过滤, 进行以下标定。

标定: 将氨基磺酸 (标准试剂) 放在干燥器 (减压、硅胶) 中干燥 24 小时, 精确称其重约 2.5 g, 加入新煮沸已冷却的水 25 ml 溶解, 加入 2 滴溴百里酚蓝试液, 用配制好的氢氧化钠溶液滴定至显绿色时为止, 计算当量浓度系数。

1 N 氢氧化钠溶液 1 ml = 97.09 mgHOSO₂NH₂

注意: 保存在密封瓶里或附有碱石灰管的瓶里, 长期保存的溶液, 使用时重新标定。

0.5 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液里含有 20.000 g 氢氧化钠 (NaOH ; 40.00)。

配制: 22 g 氢氧化钠加 950 ml 水溶解, 加入新配制的氢氧化钡饱和溶液直到完全不生成沉淀时为止。充分混合溶液注入带塞密闭的容器内, 放置 24 小时后, 倾出上清液或用玻璃过滤器 (G 3 或 G 4) 过滤, 进行以下标定。

标定: 按照标定 1 N 氢氧化钠溶液进行标定。精确称量氨基磺酸 (标准试剂) 约 1.3 g, 进行滴定。

0.5 N 氢氧化钠溶液 1 ml = 48.54 mg HOSO_2NH_2

注意: 按照保存 1 N 氢氧化钠溶液的方法保存。

0.2 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液中含有 8.000 g 氢氧化钠 (NaOH ; 40.00)。

配制: 9 g 氢氧化钠加 950 ml 水溶解, 加入新配制的氢氧化钡饱和溶液直到完全不生成沉淀时为止。充分混合液体, 注入带塞密闭的容器, 放置 24 小时后, 倾出上清液或玻璃过滤器 (G 3 或 G 4) 过滤, 进行以下标定。

标定: 按标定 1 N 氢氧化钠溶液的方法进行标定。精确称取约 0.5 g 氨基磺酸 (标准试剂) 滴定。

0.2 N 氢氧化钠溶液 1 ml = 19.418 mg HOSO_2NH_2

注意: 按保存 1 N 氢氧化钠溶液的方法保存。

0.1 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液中含有 4.000 g 氢氧化钠 (NaOH ; 40.00)。

配制: 4.5 g 氢氧化钠加 950 ml 水溶解, 加新配制的氢氧化钡饱和溶液直至不再生成沉淀时为止。充分混合液体, 注入密塞容器里, 放置 24 小时后, 倾出上清液或用玻璃过滤器 (G 3 或 G 4) 过滤, 进行如下的标定。

标定: 按标定 1 N 氢氧化钠溶液的方法进行标定。精确称取约 0.25 g 氨基磺酸 (标准试剂), 进行滴定。

0.1 N 氢氧化钠溶液 1 ml = 9.709 mg HOSO_2NH_2

注意: 按保存 1 N 氢氧化钠溶液进行保存。

0.05 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液中含有 2.000 g 氢氧化钠 (NaOH ; 40.00)。

配制: 使用时加入新煮沸冷却过的水准确地稀释 1 N 氢氧化钠溶液体积 20 倍。

0.02 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液里含有 0.8000 g 氢氧化钠 (NaOH ; 40.00)。

配制: 使用时加入新煮沸冷却过的水准确地稀释 0.1 N 氢氧化钠溶液体积 5 倍。

0.01 N 氢氧化钠溶液

1000 ml 溶液里含有 0.4000 g 氢氧化钠 (NaOH ; 40.00)。

配制: 使用时加入新煮沸冷却过的水准确地稀释 0.1 N 氢氧化钠溶液体积 10 倍。

0.02 mol/L 碳酸钙溶液

1000 ml 溶液中含有 2.0018 g 碳酸钙 (CaCO_3 ; 100.09)。

配制: 20 ml 稀盐酸溶解 2.0 g 碳酸钙, 加水准确定容 1000 ml, 进行以下的标定。

标定: 准确地量取 25 ml 配制好的碳酸钙溶液, 加入 70 ml 水、0.5 ml 8 N 氢氧化钠溶液和 0.1 g NN 指示剂, 以新标定的 0.02 mol/L EDTA 二钠溶液滴定至溶液颜色由红紫色转为蓝色为止, 计算摩尔浓度系数。

0.1 N 硫氰酸铵溶液

1000 ml 溶液中含有 7.612 g 硫氰酸铵 (NH_4SCN ; 76.12)。

配制: 8 g 硫氰酸铵加水溶解, 定容为 1000 ml, 进行以下标定。

标定: 准确量取 0.1 N 硝酸银溶液 25 ml 于碘量瓶中, 加入 50 ml 水、2 ml 硝酸及 2 ml 硫酸铁铵试液, 在摇动下以配制好的硫氰酸铵溶液滴定, 直至显持续的红褐色为止。计算当量浓度系数。

注意: 避光保存。

0.2 N 硫代硫酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 49.636 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; 248.17)。

配制: 52 g 硫代硫酸钠和 0.2 g 无水碳酸钠加新煮沸冷却过的水溶解, 定容至 1000 ml。进行如下标定。

标定: 将碘酸钾 (标准试剂) 在 $120\sim 140^\circ$ 中干燥 2 小时, 在干燥器 (硅胶) 中放冷, 精确称其重约为 0.2 g 于碘量瓶中, 加入 25 ml 水溶解, 加入 4 g 碘化钾以及 10 ml 稀硫酸, 密塞, 放置 10 分钟后加入 100 ml 水, 用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定游离的碘, 计算当量浓度系数。当溶液接近终点显淡黄色时, 加入 3 ml 淀粉试液, 滴定至生成的蓝色消褪即为滴定终点。用同样的方法进行空白试验作校正。

0.2 N 硫代硫酸钠溶液 1 ml = 7.133 mg KIO_3

注意: 长期保存的硫代硫酸钠溶液使用时重新标定。

0.1 N 硫代硫酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 24.817 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; 248.17)。

配制: 使用时, 加新煮沸冷却过的水稀释 0.2 N 硫代硫酸钠溶液体积的 2 倍。

0.01 N 硫代硫酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 2.4817 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; 248.17)。

配制: 使用时, 加新煮沸冷却过的水稀释 0.2 N 硫代硫酸钠溶液体积 20 倍。

0.005 N 硫代硫酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 1.2409 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; 248.17)。

配制: 使用时, 加新煮沸冷却过的水稀释 0.2 N 硫代硫酸钠溶液体积 40 倍。

0.002 N 硫代硫酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 0.49636 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; 248.17)。

配制: 使用时, 加新煮沸而冷却了的水稀释 0.2 N 硫代硫酸钠溶液体积 100 倍。

0.02 mol/L 四苯硼钠溶液

1000 ml 溶液中含有 6.844 g 四苯硼钠 [$\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$; 342.22]。

配制: 7.0 g 四苯硼钠加水溶解, 定容为 1000 ml, 进行如下标定。

标定: 称取 0.5 g 邻苯二甲酸氢钾 (标准试剂), 加 100 ml 水溶解, 加醋酸 2 ml, 在 50° 水浴上加温, 在搅拌下从滴定管慢慢加入 50 ml 已配制好的四苯硼钠溶液, 然后急速冷却, 于常温下放置 1 小时。将产生的沉淀用重量已知并呈坩埚形的玻璃过滤器 (1 G 4) 滤取, 再以每次 5 ml 四苯硼钾溶液洗 3 次, 于 105° 干燥 1 小时, 精确称其重, 作为四苯硼钾 [$\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$; 358.33] 的量, 计算摩尔浓度系数。

0.02 mol/L 四苯硼钠溶液 1 ml = 7.167 mg $\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$

注意: 使用时配制。

0.1 N 甲醇钠溶液

1000 ml 溶液中含有 5.402 g 甲醇钠 (CH_3ONa ; 54.02)。

配制: 将 2.5 g 新切片的金属钠每次少量地加入已冰冷的 150 ml 甲醇中溶解, 而后加苯, 定容为 1000 ml, 进行如下标定。

标定: 将安息香酸放在干燥器 (硅胶) 中干燥 24 小时, 精确称其重约 0.3 g, 加 80 ml 二甲基甲酰胺溶解, 加 3 滴甲酚蓝-二甲基甲酰胺, 以配制好的甲醇钠溶液滴定到显蓝色为止, 计算当量浓度系数。用同样方法进行空白试验作校正。

0.1 N 甲醇钠溶液 1 ml = 12.212 mg 苯甲酸

注意: 防潮, 于冷暗处保存。使用时标定。

0.1 mol/L 铁氰化钾溶液

1000 ml 溶液中含有 32.925 g 铁氰化钾 [$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$; 329.25]。

配制: 溶解 33 g 铁氰化钾于水中定容为 1000 ml, 进行以下标定。

标定: 准确量取 25 ml 配制好的铁氰化钾溶液于碘量瓶中, 加入 2 g 碘化钾和

10 ml 稀盐酸，密塞放置 15 分钟后，追加 15 ml 硫酸锌试液，以 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定游离的碘，计算摩尔浓度系数。接近终点时溶液呈淡黄色，加入 3 ml 淀粉试液，当生成的蓝色消失时为终点。用同样的方法作空白试验进行校正。

注意：避光保存；长期保存后，使用时重新标定。

0.05 mol/L 铁氰化钾溶液

1000 ml 溶液中含有 16.462 g 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ：329.25]。

配制：使用时，加水准确稀释 0.1 mol/L 铁氰化钾溶液体积 2 倍。

0.01 mol/L 铁氰化钾溶液

1000 ml 溶液中含有 3.2925 g 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ：329.25]。

配制：使用时，加水准确稀释 0.1 mol/L 铁氰化钾溶液体积 10 倍。

甲醛标准液

按以下操作标定福尔马林，以此配制标准溶液。1 ml 此溶液含有 4 μg 甲醛。

(1) 福尔马林的标定 精确称取约 1 g 甲醛于已加入水的称量瓶中，加水准确配成 100 ml。准确取其 10 ml，加准 50 ml 0.1 N 碘液，再加 20 ml 1 N 氢氧化钠液后，常温放置 15 分钟。还加 15 ml 稀硫酸，用 0.1 N 硫代硫酸钠液滴定过剩的碘（指示剂：3 ml 淀粉试液）。另用 10 ml 水按同样方法进行空白试验。福尔马林中的甲醛含量 C (%) 由以下式子求出。

$$C(\%) = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V)F}{100} \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

V_0 ：空白试验中 0.1 N 硫代硫酸钠液的滴定量 (ml)；

V ：本实验中 0.1 N 硫代硫酸钠液的滴定量 (ml)；

F ：0.1 N 硫代硫酸钠液的因子；

W ：福尔马林的称取量 (g)。

(2) 甲醛标准液的配制

准确称取用 (1) 标定了的福尔马林 $400/C$ g，加水准确定容为 100 ml。取准此溶液 10 ml，用水稀释 10 倍，重复 4 次此操作，并作为甲醛标准液。

0.1 N 碘溶液

1000 ml 溶液中含有 12.690 g 碘 (I_2 ：126.90)。

配制：14 g 碘加 100 ml 碘化钾溶液 (2→5) 溶解，加 1 ml 稀盐酸和水定容为 1000 ml，进行如下标定。

标定：将三氧化二砷（标准试剂）碾成粉末，于 105°干燥 4 小时，于干燥器（硅胶）中放冷，精确称其重约为 0.15 g，加入 20 ml 氢氧化钠溶液 (1→25)，加温溶解。加 40 ml 水和 2 滴甲基橙试液，加入稀盐酸直至溶液显淡红色为止，而后加入 2 g 碳酸氢钠，50 ml 水和 3 ml 淀粉试液，慢慢地滴加配制好的碘液直至溶液显现持续蓝色为

止, 计算当量浓度系数。

0.1 N 碘液 1 ml = 4.946 mg AS_2O_3

注意: 避光保存, 长期保存的碘液, 使用时重新标定。

0.02 N 碘 溶 液

1000 ml 溶液中含有 2.5380 g 碘 (I : 126.90)。

配制: 使用时, 加水准确稀释 0.1 N 碘液体积 5 倍。

0.01 N 碘 溶 液

1000 ml 溶液中含有 1.2690 g 碘 (I : 126.90)。

配制: 使用时, 加水准确稀释 0.1 N 碘溶液体积 10 倍。

0.05 mol/L 碘酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 10.700 g 碘酸钾 (KIO_3 : 214.00)。

配制: 将碘酸钾 (标准试剂) 于 120° 干燥 2 小时, 于干燥器 (硅胶) 放冷, 精确称其重约为 10.700 g, 加水溶解, 准确定容为 1000 ml。计算摩尔浓度系数。

0.01 mol/L 碘酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 2.1400 g 碘酸钾 (KIO_3 : 214.00)。

配制: 使用时加水准确稀释 0.05 mol/L 碘酸钾溶液体积 5 倍。

0.001 mol/L 碘酸钾溶液

1000 ml 溶液中含有 0.1783 g 碘酸钾 (KIO_3 : 214.00)。

配制: 将碘酸钾 (标准试剂) 于 120° 干燥 2 小时, 在干燥器中 (硅胶) 放冷, 精确称其重约为 0.1783 g, 加水溶解, 准确定容至 1000 ml, 计算摩尔系数。

0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液

1000 ml 溶液中含有 1.1536 g 十二烷基硫酸钠 ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$: 288.38)。

配制: 按换算纯度计算, 精确称重相当于约 1.2 g 纯十二烷基硫酸钠的十二烷基硫酸钠, 加水溶解, 定容为 1000 ml, 按以下式子计算摩尔浓度系数 (f)。

$$f = \frac{\text{十二烷基硫酸钠的量 (g)} \times \text{纯度 (\%)}}{\text{十二烷基硫酸钠的平均分子量} \times 0.004} \times \frac{1}{100}$$

十二烷基硫酸钠的纯度和平均分子量按以下的方法测定后计算。

纯度及平均分子量: 精确称取约 5 g 十二烷基硫酸钠, 准确加入 25 ml 1 N 硫酸, 边注意发泡边时常轻轻地摇动, 于热板或砂浴上回流。当溶液透明不发泡以后再回流 2 小时, 冷后从冷却器上方用约 30 ml 乙醇洗涤内壁, 然后用适量的水洗涤, 再加水使溶液量约为 100 ml, 另加 2 滴酚酞试液, 以 1 N 氢氧化钠溶液滴定。

同时作空白试验, 按下式计算纯度 (%)。

$$\text{纯度} = \frac{(A - B) \times f_s \times M}{\text{试料量(g)} \times 1000} \times 100$$

A: 滴定时所需要的 1 N 氢氧化钠溶液的量 (ml);

B: 空白试验所需要的 1 N 氢氧化钠溶液的量 (ml);

f_s : 1 N 氢氧化钠溶液的当量浓度系数;

M : 十二烷基硫酸钠的平均分子量。

将上述 50 ml 滴定液移至分液漏斗, 加入 65 ml 乙醇和 35 ml 水, 以每次 50 ml 石油醚抽提 2 次。混合二次石油醚抽提液, 以每次 50 ml 水洗涤二次, 用无水硫酸钠脱水后, 浓缩至适当浓度由气相色谱法 (注 1) 算出被分解的醇的平均分子量, 并由此算出十二烷基硫酸钠的平均分子量。

注 1: 作为气相色谱法的条件, 例如在色谱载体 W 用 10% 硅 SE-30 的柱, 柱温 180°, 载气为氮或氦, 检出器为氢焰离子检测器, 在恒温下进行。

1 N 硫 酸

1000 ml 溶液中含有 49.04 g 硫酸 (H_2SO_4 : 98.07)。

配制: 将 30 ml 硫酸于 1000 ml 水中边搅混边慢慢地加入, 放冷, 进行以下标定。

标定: 照 1 N 盐酸的标定法进行。

1 N 硫酸 1 ml = 52.99 mg Na_2CO_3

0.5 N 硫 酸

1000 ml 溶液中含有 24.518 g 硫酸 (H_2SO_4 : 98.07)。

配制: 1000 ml 水在搅拌下将 15 ml 硫酸慢慢地加入, 放冷, 进行以下标定。

标定: 按 1 N 盐酸标定法进行。

0.5 N 硫酸 1 ml = 26.497 mg Na_2CO_3

0.2 N 硫 酸

1000 ml 溶液中含有 9.807 g 硫酸 (H_2SO_4 : 98.07)。

配制: 使用时 1000 ml 水在搅拌下将 6 ml 硫酸慢慢地加入, 放冷, 按照下法进行标定。

0.2 N 硫酸 1 ml = 10.599 mg Na_2CO_3

0.1 N 硫 酸

1000 ml 溶液中含有 4.904 g 硫酸 (H_2SO_4 : 98.07)。

配制: 于 1000 ml 水中在搅拌下将 3 ml 硫酸慢慢地加入, 放冷, 按照下法进行标定。

0.1 N 硫酸 1 ml = 5.299 mg Na_2CO_3

0.05 N 硫酸

1000 ml 溶液中含有 2.4518 g 硫酸 (H_2SO_4 ; 98.07)。

配制: 使用时, 加水于 1 N 硫酸中准确地稀释其体积 20 倍。

0.02 N 硫酸

1000 ml 溶液中含有 0.9807 g 硫酸 (H_2SO_4 ; 98.07)。

配制: 加水准确地稀释 0.1 N 硫酸体积 5 倍。

0.01 N 硫酸

1000 ml 溶液中含有 0.4904 g 硫酸 (H_2SO_4 ; 98.07)。

配制: 使用时加水于 0.1 N 硫酸中, 准确地稀释其体积 10 倍。

0.1 N 硫酸亚铁铵

1000 ml 溶液中含有 39.213 g 硫酸亚铁铵 [$\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 392.13]。

配制: 将 30 ml 硫酸和 300 ml 水的混合液冷却后溶解 40 g 硫酸亚铁铵, 加水定容为 1000 ml, 进行以下标定。

标定: 准确量取 25 ml 配制好的硫酸亚铁铵溶液, 加水 25 ml 和磷酸 5 ml, 用 0.1 N 高锰酸钾溶液滴定, 计算当量浓度系数。

0.02 N 硫酸亚铁铵溶液

1000 ml 溶液中含有 7.843 g 硫酸亚铁铵 [$\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 392.13]。

配制: 使用时, 加稀硫酸 (3→100) 准确稀释 0.1 N 硫酸亚铁铵体积 5 倍。

0.1 N 硫酸高铈铵溶液

1000 ml 溶液中含有 66.857g 硫酸高铈铵 [$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; 668.57]。

配制: 68 g 硫酸高铈铵加 1 N 硫酸溶解, 配成 1000 ml, 放置 24 小时后, 若有必要用玻璃过滤器 (G3 或 G4) 过滤, 进行如下标定。

标定: 准确量取 25 ml 配制好的硫酸高铈铵溶液放入碘量瓶中, 加 20 ml 水和 20 ml 稀盐酸, 接着加 1 g 碘化钾溶解, 立即用 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定, 计算当量浓度系数。当溶液近终点显现淡黄色时, 加入 3 ml 淀粉试液, 当溶液产生的蓝色消失时即为滴定终点。用同样方法进行空白试验作校正。

注意: 避光保存。长时间保存的溶液使用时要重新标定。

0.01 N 硫酸高铈铵溶液

1000 ml 溶液中含有 6.6856g 硫酸高铈铵 [$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; 668.57]。

配制: 使用时加 1 N 硫酸准确地稀释 0.1 N 硫酸高铈铵体积 10 倍。

0.1 N 硫酸铁铵溶液

1000 ml 溶液中含有 48.22 g 硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$; 482.18]。

配制: 50 g 硫酸铁铵加 300 ml 水和 6 ml 硫酸混合液溶解, 加水定容 1000 ml, 进行以下标定。

标定: 准确地量取 40 ml 配制好的硫酸铁铵溶液放入带塞的烧瓶里, 加 5 ml 盐酸摇混, 再加入以 10 ml 水溶解 3 g 碘化钾的溶液, 密塞, 放置 15 分钟后以 0.1 N 硫代硫酸钠溶液滴定游离的碘, 计算当量浓度系数。

接近终点溶液显现淡黄色时加入 3 ml 淀粉试液, 生成的蓝色消失时为滴定终点。以同样方法作空白试验进行校正。

注意: 避光保存。

(四) 标准溶液

铵标准溶液

准确称取 2.97 g 氯化铵, 加水溶解, 准确定容为 1000 ml。准确量取 10 ml 此溶液, 加入水定容为 1000 ml 溶液, 该 1 ml 溶液中含有 0.01 mg 铵 (NH_4)。

[注] 氯化铵有吸湿性, 所以取其约 3.5 g 于干燥器中 (硅胶) 干燥 5 小时以上迅速称量配制。

氧烧瓶燃烧法用氟标准原液

见氟标准原液, 氧烧瓶燃烧法。

氧烧瓶燃烧法用氟标准溶液

见氟标准溶液, 氧烧瓶燃烧法用。

氰标准原液

2.5 g 氰化钾加水溶解, 准确定容为 1000 ml。准确量取此溶液 100 ml, 加入 0.5 ml 对-二甲胺基亚苄基绕丹宁试液, 以 0.1 N 硝酸银溶液滴定。当溶液呈现红色时即为滴定终点。

0.1 N 硝酸银溶液 1 ml = 5.204 mg 氰

[注] 氰化钾易分解, 常常无法表示一定的含量, 所以配成水溶液测定其 CN-含量后使用。而且隔段时间还得重新测定含量。于密塞冷暗处保存。

氰标准溶液

准确量取相当于 10 mg 氰 (CN) 的氰标准原液, 加入 100 ml 氢氧化钠试液和水准确定容至 1000 ml。使用时配制。1 ml 此溶液含有 0.01 mg 氰 (CN)。

双硫腺用铅标准溶液

准确量取 10 ml 铅标准溶液 [1 ml 中含有 0.01 mg 铅 (Pb)], 加入稀硝酸 (1→100) 准确定容为 100 ml。这种溶液使用时配制。其 1 ml 溶液中含有 0.001 mg 铅 (Pb)。

浊度标准原液

14.1 ml 0.1 N 盐酸加水定容为 50 ml。此溶液 1 ml 中含有 1 mg Cl₂。

浊度标准溶液

10 ml 浊度标准原液加水定容为 1000 ml 溶液。1 ml 此溶液含有 0.01 mgCl。

(1) 透明 0.2 ml 浊度标准溶液加水配成 20 ml 溶液, 加入 1 ml 稀硝酸 (1→3)、0.2 ml 2 W/V% 糊精溶液及 1 ml 2 W/V% 硝酸银溶液, 作为放置 15 分钟时的浊度以下的标准。几乎不许混入浮游物等的异物。

(2) 几乎透明 0.5 ml 浊度标准溶液加水配成 20 ml 溶液, 加入 1 ml 稀硝酸 (1→3)、0.2 ml 2 W/V% 糊精溶液和 1 ml 2 W/V% 硝酸银溶液, 作为放置 15 分钟时浊度。几乎不许混入浮游物等的异物。

(3) 略微浊 1.2 ml 浊度标准溶液加水配成 20 ml 溶液, 加入 1 ml 稀硝酸 (1→3)、0.2 ml 2 W/V% 糊精溶液及 1 ml 2 W/V% 硝酸银溶液, 作为放置 15 分钟时的浊度。

(4) 微浊 6 ml 浊度标准溶液加水配成 20 ml 溶液, 加入 1 ml 稀硝酸 (1→3)、0.2 ml 2 W/V% 糊精溶液及 1 ml 2 W/V% 硝酸银溶液, 作为放置 15 分钟时的浊度。

(5) 混浊 0.3 ml 浊度标准原液加水配成 20 ml 溶液, 加入 1 ml 稀硝酸 (1→3)、0.2 ml 2 W/V% 糊精溶液及 1 ml 2 W/V% 硝酸银溶液, 作为放置 15 分钟时的浊度。

[注] 浊度基准是与 JIS 试剂的一般试验法相同。加硝酸银溶液于稀盐酸中, 以所产生的氯化银白浊作为基准。这里所用的 0.1 N 盐酸是用调整为 1.000 当量浓度的盐酸。用糊精是为了使混浊稳定。放置 15 分钟是为了完全生成氯化银。这种试验从开始试验至观察了结都要避免阳光直射。

铁标准溶液

准确称取 86.3 mg 硫酸铁铵, 加 100 ml 水溶解, 再加 5 ml 稀盐酸和水准确地定容为 1000 ml。这 1 ml 溶液中含有 0.01 mg 铁 (Fe)。

铅标准原液

准确称取 159.8 mg 硝酸铅, 加 10 ml 稀硝酸溶解, 加水准确定容为 1000 ml。在配制和保存这种溶液中应使用不含可溶性铅盐的玻璃容器。

铅标准溶液

准确量取 10 ml 铅标准原液, 加水准确定容为 100 ml。使用时配制。1 ml 此溶液含有 0.01 mg 铅 (Pb)。

钡标准原液

准确称取 1.78 g 氯化钡, 加水溶解, 准确定容为 1000 ml。

钡标准溶液

准确量取 10 ml 钡标准原液, 加水准确定容为 1000 ml。此溶液于使用时配制。其 1 ml 溶液含有 0.01 mg 钡 (Ba)。

砷标准原液

将三氧化二砷研成微细粉末, 于 105°干燥 4 小时, 准确称其量 0.100 g。加 5 ml 氢氧化钠溶液 (1→5) 溶解。加稀硫酸使该溶液成中性, 再加 10 ml 稀硫酸, 加入新煮沸冷却过的水准确定容为 1000 ml。

砷标准溶液

准确量取 10 ml 砷标准原液, 加 10 ml 稀硫酸, 加入新煮沸冷却过的水准确定容

1000 ml。1 ml 该溶液含有 1 μ g 三氧化二砷 (As_2O_3)。这种溶液使用时配制, 保存在带塞瓶里。

氟标准原液

将氟化钠于 150°干燥 4 小时, 准确称其重为 0.221 g, 加水溶解, 定容为 1000 ml。

氟标准溶液

准确量取 10 ml 氟标准原液, 加水准确定容为 1000 ml。

此 1 ml 溶液中含有 1 μ g 氟 (F)。

氟标准原液, 氟烧瓶燃烧法用

取氟化钠 (标准试剂) 于白金坩埚中, 于 500~550°干燥 1 小时, 在干燥器 (硅胶) 里放冷, 准确称取其重 66.3 mg, 加水溶解, 准确定容为 500 ml。

氟标准溶液, 氟烧瓶燃烧法用

准确量取 10 ml 氧烧瓶燃烧法用氟标准原液, 加水准确配成 100 ml 溶液。使用时配制。1 ml 这种溶液以氟为计含有 0.006 mg。

水-甲醇标准溶液

配制: 取 500 ml 费休 (Karl Fischer) 用的甲醇注入 1000 ml 的干燥容量瓶, 加 2.0 ml 水, 再加费休用的甲醇定容为 1000 ml。

这种标准溶液的标定是继费休试液标定之后进行, 避光防潮, 保存于冷处。

标定: 根据操作法取 25 ml 费休用甲醇于干燥滴定烧瓶里。将它事先用费休试液滴定到终点, 并使烧瓶内处于无水状态。然后准确加入 10 ml 费休试液, 用配制好的水-甲醇标准溶液滴定至终点。根据以下式子求出 1 ml 水-甲醇标准溶液中的水 (H_2O) 的毫克数 f' 。

$$f' = \frac{f \times 10}{\text{滴定时所需要的水-甲醇标准液的量 (ml)}}$$

f : 见费休试液。

甲醇标准溶液

准确称量 1.0 g 甲醇, 准确加水定容为 1000 ml。准确量取 5 ml 此溶液, 加入 2.5 ml 不含乙醇的甲醇和水准确定容为 50 ml。

(五) 计量器·用器

温度计

测定相对密度、熔点、凝固点和沸点以及蒸馏试验所用的水银温度计 (棒状) 除特别规定的以外, 都以如下形状作为标准而且作过仪表误差试验 (见下页表)。

低流动点用温度计

用日本工业规格 B 7410 所规定的温度计。

高流动点用温度计

用日本工业规格 B 7410 所规定的温度计。

化学用体积计

	1号	2号	3号	4号	5号	6号
液体	水银	水银	水银	水银	水银	水银
液体上充满的气体	氮	氮	氮	氮	氮	氮
温度范围	-10~120°	90~220°	190~320°	-5~50°	45~100°	95~150°
最小刻度	0.5°	0.5°	0.5°	0.1°	0.1°	0.1°
长刻度线	每1°	每1°	每1°	每1°	每1°	每1°
刻度数字	每10°	每10°	每10°	每2°	每2°	每2°
全长	330~350 mm	330~350 mm	330~350 mm	300~320 mm	300~320 mm	300~320 mm
主干直径	6~7	6~7	6~7	6~7	6~7	6~7
水银球的直径	5~6	5~6	5~6	5~6	5~6	5~6
水银球的长度	10~14	10~14	10~14	15~19	15~19	15~19
L ₁	55~65	55~65	55~65	50~55	50~55	50~55
L ₂	35~50	35~50	35~50	35~40	35~40	35~40
顶部形状	环状	环状	环状	环状	环状	环状
容许误差	0.5°	0.5°	0.5°	0.1°	0.1°	0.2°

注(1) L₁: 从水银球的下端到最低刻度线的距离。

(2) L₂: 从水银球的上端到最高刻度线的距离。

在1号、4号、5号和6号中有用釉 16 III 或用与其同等以上的质地作为材质的,而在2号、3号中有用釉 50 III 或用与其同等以上的质地作为材质的。

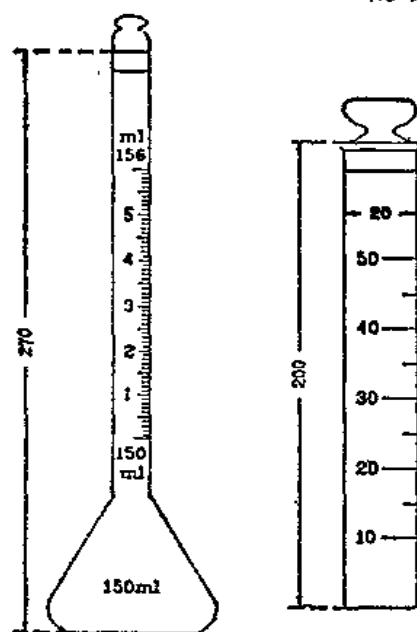
容量瓶、吸量管、滴定管以及量筒等都是用带有刻度的体积计量计。

卡氏烧瓶

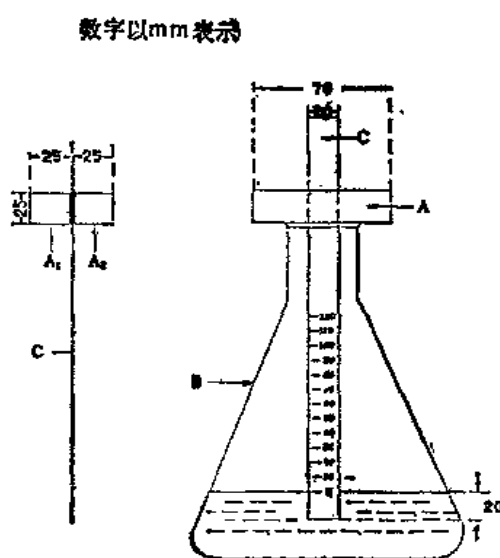
为硬质玻璃制的,是一种其上部刻有刻度线并附有带塞的烧瓶,如图所示。

奈斯勒比色管

是用无色、厚 1.0~1.5 mm 的硬质玻璃制造的带有磨口塞的圆筒, 如图所示。但



卡氏烧瓶



奈斯勒比色管

管上刻度的高度差分别在 2 mm 以下。

天平与砝码

- (1) 化学天平感量为 0.1 mg。
- (2) 半微量化学天平感量为 0.01 mg。
- (3) 砝码：使用做过仪器误差试验的砝码。

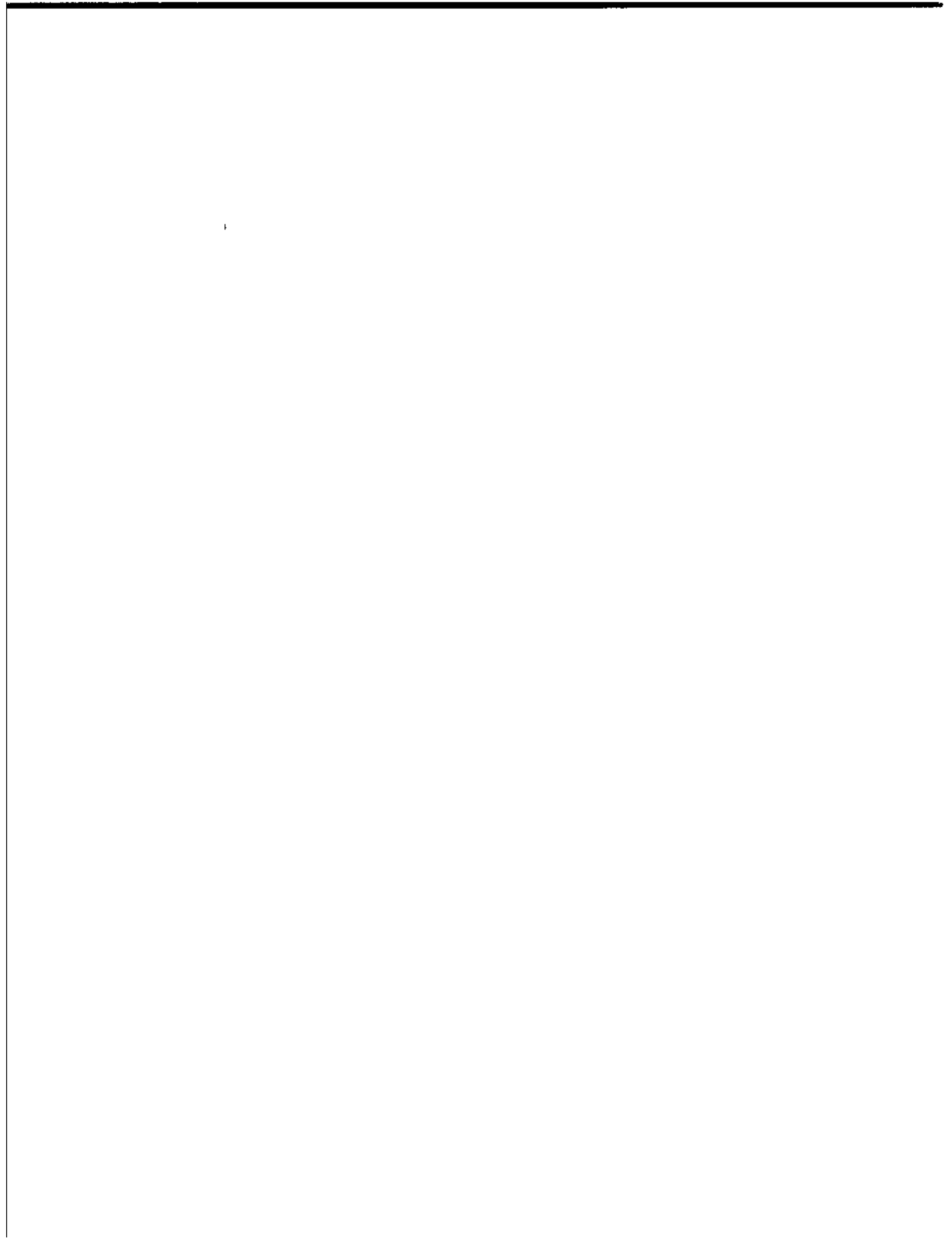
玻璃过滤器

用规定为工业规格 R 3503 号过滤器。

筛子

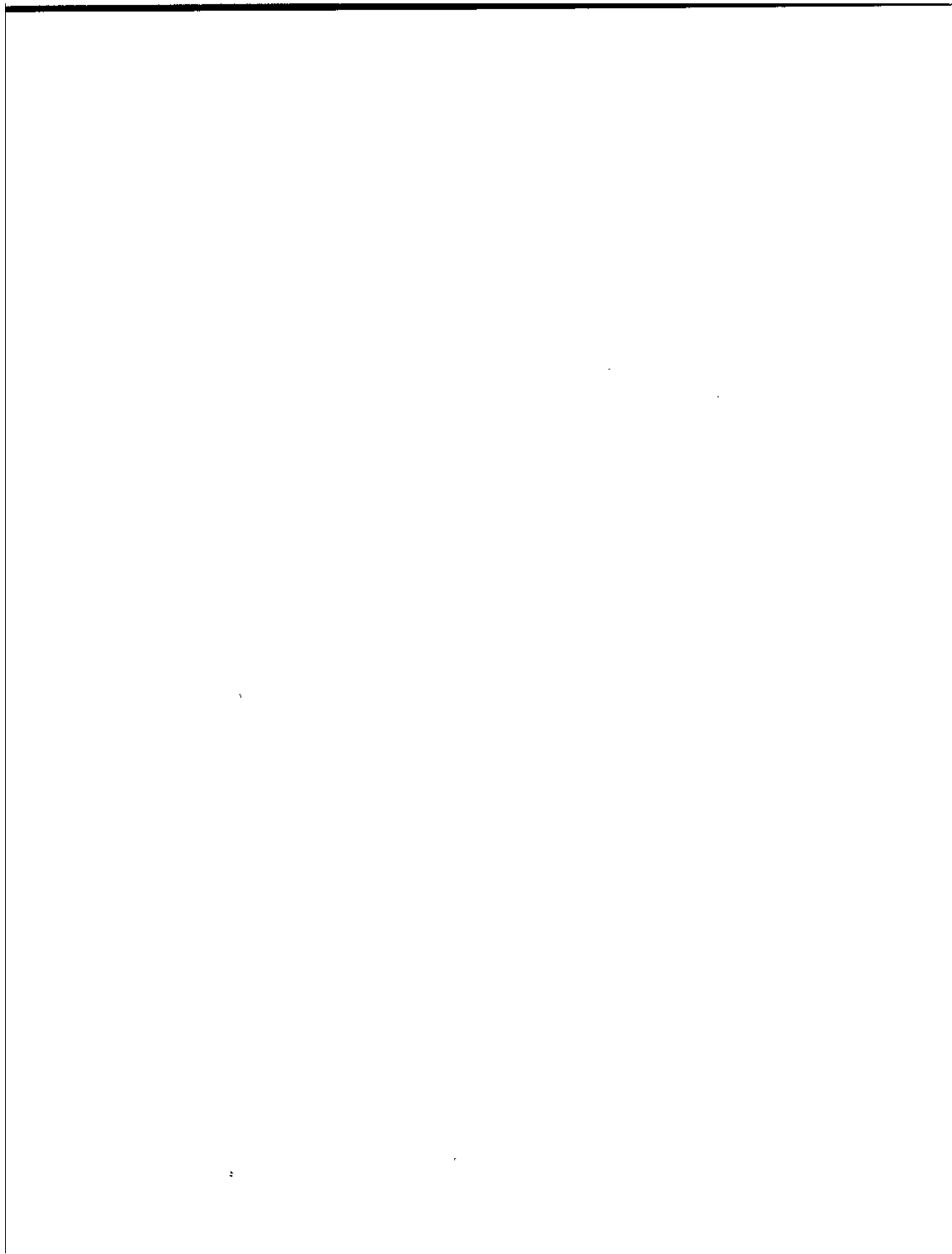
用规定为工业规格 Z 8801 号筛子。各自的名称或以筛子的号码或以尺寸为准。

筛子号码	尺寸单位 (μm)	筛 子 的 规 格				
		筛 子 刻 度 的 距 离			金属丝 (mm)	
		尺寸 (mm)	允许误差		直 径	允许误差
			平 均	最 大		
3.5	5660	5.66	± 2.5	10	1.600	± 0.040
4	4760	4.76	± 2.5	10	1.290	± 0.040
5	4000	4.00	± 2.5	10	1.080	± 0.040
6	3360	3.36	± 3	10	0.870	± 0.030
7	2830	2.83	± 3	10	0.800	± 0.030
8	2380	2.38	± 3	10	0.800	± 0.030
9	2000	2.00	± 3	10	0.760	± 0.030
10	1680	1.68	± 3	10	0.740	± 0.025
12	1410	1.41	± 3	10	0.710	± 0.025
14	1190	1.19	± 3	10	0.620	± 0.025
16	1000	1.00	± 3	15	0.590	± 0.025
20	840	0.84	± 5	15	0.430	± 0.025
24	710	0.71	± 5	15	0.350	± 0.025
28	590	0.59	± 5	15	0.320	± 0.020
32	500	0.50	± 6	15	0.290	± 0.020
35	420	0.42	± 6	25	0.290	± 0.020
42	350	0.35	± 6	25	0.260	± 0.020
48	297	0.297	± 6	25	0.232	± 0.015
60	250	0.250	± 6	25	0.174	± 0.015
65	210	0.210	± 6	25	0.153	± 0.015
80	177	0.177	± 6	25	0.141	± 0.015
100	149	0.149	± 6	40	0.105	± 0.015
115	125	0.125	± 6	40	0.087	± 0.015
150	105	0.105	± 6	40	0.070	± 0.010
170	88	0.088	± 7	40	0.061	± 0.010
200	74	0.074	± 7	60	0.053	± 0.010
250	63	0.063	± 7	60	0.039	± 0.005
270	53	0.053	± 8	60	0.038	± 0.005
325	44	0.044	± 8	60	0.028	± 0.005
400	37	0.037	± 8	90	0.026	± 0.005



第 四 部 分

**化妆品原料名称和特种
试药中英文对照**



(一) 化妆品原料名称中英文对照

A

Absolute Ethanol	无水乙醇
Acacia	阿拉伯树胶
Acetone	丙酮
Acetyl Pantothenylethyl Ether	乙酰基泛酰乙醚
Acrylic Resin Alkanolamine Solution	丙烯酸树脂烷醇胺溶液
DL-Alanine	DL-丙氨酸
L-Alanine	L-丙氨酸
2-Alkyl-N-Carboxymethyl-N-Hydroxyethyl Imidazolinium Betaine	2-烷基-N-羧甲基-N-羟乙基咪唑啉甜菜碱
Alkyldiaminoethylglycine Hydrochloride Solution	烷基二氨基乙基甘氨酸氯化氢溶液
Alkylisoquinolinium Bromide Solution	烷基异喹啉溴化物溶液
Alkyltrimethylammonium Chloride	烷基三甲基氯化铵
Allantoin	尿囊素
Almond Oil	杏仁油
Alum	明矾
Aluminium Chloride	氯化铝
-Chlorohydroxy Allantoinate	氯羟基尿囊素铝
-Dihydroxy Allantoinate	二羟基尿囊素铝
-Hydroxychloride	氯化羟铝
-Powder	铝粉
-Magnesium Silicate	硅酸铝镁
-Stearate	硬脂酸铝
6-Aminocaproic Acid	6-氨基己酸
2-Amino-2-methyl-1, 3-propanediol	2-氨基-2-甲基-1, 3-丙二醇
2-Amino-2-methyl-1-propanol	2-氨基-2-甲基-1-丙醇
α -Amyl Cinnamic Aldehyde	α -戊基肉桂醛
Anhydrous Citric Acid	无水柠檬酸
-Lanolin	无水羊毛脂
L-Arginine	L-精氨酸
Ascorbic Acid	抗坏血酸
Ascorbyl Dipalmitate	抗坏血酸基二棕榈酸酯
-Palmitate	抗坏血酸基棕榈酸酯

-Stearate
L-Aspartic Acid
Avocado Oil

抗坏血酸基硬脂酸酯
L-天门冬酸
鳄梨油

B

Barium Sulfate
Batyl Alcohol
Beeswax
-Derivatives of Polyoxyethylene Sorbi-
tol

硫酸钡
鲨肝醇
蜂蜡
聚氧乙烯山梨醇的蜂蜡衍生物

Behenic Acid
Behenyl Alcohol
Bentonite
Benzalkonium Chloride
-Chloride Solution
Benzethonium Chloride
-Chloride Solution

山萘酸
山萘醇
膨润土
氯化苧铵
氯化苧铵液
氯化苧杀铵
氯化苧杀铵液

Benzoic Acid
Benzyl Acetate
-Alcohol
-Nicotinate

苯甲酸
醋酸苧
苧醇
烟酸苧酯

Biotin
Bismuth Oxychloride
Black Oxide of Iron
Bleached Beeswax
Butanol
Butyl Acetate
1, 3-Butylene Glycol
Butylhydroxyanisol
Butyl Parahydroxybenzoate
-Stearate

生物素
氧氯化铋
氧化铁黑
漂白蜂蜡
丁醇
醋酸丁酯
1,3-丁二醇
丁基羟基茴香醚
对羟基苯甲酸丁酯
硬脂酸丁酯

C

Cacao Butter
Calamine
Calcium Acetate
-Hydroxide
-Oxide

可可脂
卡拉明
醋酸钙
氢氧化钙
氧化钙

-Pantothenate	泛酸钙
-Phosphate, Dibasic	磷酸氢钙
-Phosphate, Dibasic Dental Grade	牙膏用磷酸氢钙
Calcium Stearate	硬脂酸钙
<i>d</i> -Camphor	<i>d</i> -樟脑
<i>dl</i> -Camphor	合成樟脑
Candelilla Wax	小烛树蜡
Cantharides Tincture	斑蝥酊
Caprylic/Capric Acid Triglyceride	(辛酸/癸酸) 甘油三酯
Capsicum Tincture	辣椒酊
Carbon Black	炭黑
Carboxyvinylpolymer	羧乙烯基聚合物
Carnauba Wax	巴西棕榈蜡
β -Carotene	β -胡萝卜素
Carrageenan	角叉菜胶
Casein	酪蛋白
Castor Oil	蓖麻油
Ceresin	地蜡
Cetanol	鲸蜡醇
Cetostearyl Alcohol	鲸蜡十八烷醇
Cetyl Lactate	十六醇乳酸酯
Cetyl Myristate	鲸蜡醇肉豆蔻酸酯
Cetylpyridinium Chloride	氯化十六烷基吡啶鎓
Cetyltrimethylammonium Bromide	十六烷基三甲基溴化铵
Cetyltrimethylammonium Chloride	十六烷基三甲基氯化铵
Chloramine T	氯胺 T
Chlorhexidine Gluconate Solution	葡萄糖酸氯己啶溶液
-Hydrochloride	氯己啶盐酸盐
Chlorobutanol	氯代丁醇
Chlorocresol	氯甲酚
Chloroxyleneol	氯二甲苯酚
Chlorphenesin	甘油基对氯苯醚
Cholesterol	胆固醇
Cholesteryl Stearate	胆甾醇硬脂酸酯
Chromium Oxide	氧化铬
Cinnamic Aldehyde	肉桂醛
Cinnamyl Acetate	肉桂醇醋酸酯
-Alcohol	肉桂醇

Cinoxate
Citric Acid
Citronellal
Citronellol
Citronellyl Acetate
Coconut Fatty Acid Diethanolamide
Coconut Fatty Acid Monoethanolamide
Coconut Oil
Corn Starch
Cottonseed Oil
Coumarin
Cresol
Cyclohexane
L-Cystine

桂醛酯
柠檬酸
香茅醛
香茅醇
香茅醇醋酸酯
椰子油脂肪酸二乙醇酰胺
椰子油脂肪酸单乙醇酰胺
椰子油
玉米淀粉
棉籽油
香豆素
甲酚
环己烷
L-胱氨酸

D

Decyl Aldehyde
-Oleate
Dehydroacetic Acid
Dibasic Sodium Phosphate
Dibutylhydroxytoluene
Dichlorodifluoromethane
Dichlorotetrafluoroethane
Diethanolamine
Diethyl phthalate
Diglycerin
Dihydrocholesterol
Diisopropyl Adipate
Diphenylhydramine Hydrochloride
Dipotassium Glycyrrhizinate
Dipropylene Glycol
Disodium Edetate
-Succinate
Distearyldimethylammonium Chloride
Domiphen Bromide

癸醛
油酸癸酯
脱氢乙酸
磷酸氢二钠
二丁基对甲酚
二氯二氟甲烷
二氯四氟乙烷
二乙醇胺
邻苯二甲酸二乙醇酯
双甘油
二氢胆固醇
己酸二异丙酯
二苯基醇胺盐酸盐
甘草酸二钾
双丙二醇
乙二胺四乙酸二钠
琥珀酸二钠
二硬脂基二甲基氯化铵
杜米吩溴化物

E

Egg Yolk Oil

蛋黄油

Ergocalciferol
 Erythorbic Acid
 Ester Gum
 Estradiol
 Estrone
 Ethanol
 Ethanol Absolute
 Ethinylestradiol
 Ethyl Acetate
 Ethyl Cellulose
 Ethyl Cinnamate
 Ethyleneglycol Monobutylether
 -Monostearate
 Ethyl Methylphenylglycidate
 -Paraaminobenzoate
 -Parahydroxybenzoate
 -Phenylacetate
 -Urocanate
 -Vanillin
 Eugenol
 Exsiccated Alum
 -Gypsum

Ferric Chloride

Gelatin
 Geraniol
 Geranyl Acetate
 Ginger Tincture
 Glacial Acetic Acid
 Glucose
 Glycerin
 -Concentrated
 Glyceryl Glycyrrhetinate
 Glyceryl Monooleate, Lipophilic
 Glyceryl Monostearate, Lipophilic

麦角钙化醇
 异抗坏血酸
 酯胶
 雌二醇
 雌酮
 乙醇
 无水乙醇
 乙炔基雌二醇
 醋酸乙酯
 乙基纤维素
 肉桂酸乙酯
 乙二醇单丁醚
 乙二醇单硬脂酸酯
 甲基苯基缩水甘油酸乙酯
 对氨基苯甲酸乙酯
 对羟基苯甲酸乙酯
 苯乙酸乙酯
 尿刊酸乙酯
 乙基香兰素
 丁子香酚
 烧明矾
 烧石膏

F

氯化铁

G

明胶
 香叶醇
 香叶醇醋酸酯
 姜酊
 冰醋酸
 葡萄糖
 甘油
 浓甘油
 甘油基甘草亭酸酯
 亲油型单油酸甘油酯
 亲油型单硬脂酸甘油酯

-Selfemulsifying
Glyceryl Trimyristate
Glycine
 β -Glycyrrhetic Acid
Glycyrrhetinyl Stearate
Glycyrrhiza Extract
Glycyrrhizinic Acid
Guaiazulene

自乳化型单硬脂酸甘油酯
甘油基三豆蔻酸酯
甘氨酸
 β -甘草亭酸
甘草亭基硬脂酸酯
甘草提取物
甘草酸
愈创莫

H

Halocarbon
Hard Lanolin
Hard Lanolin Fatty Acid
Heavy Calcium Carbonate
-Magnesium Carbonate
Hexachlorophene
2-Hexyldecanol
Hexyldecyl Dimethyloctanoate
Hexyl Laurate
Hinokitiol
Honey
Hydrated Chromium Oxide
Hydrochloric Acid
Hydrogenated Oil
Hydroxycitronellal
Hydroxyethyl Cellulose
2-(2-Hydroxy-5-Methylphenyl) benzotriazole
Hydroxypropyl Cellulose

卤二苯脲
硬质羊毛脂
硬质羊毛脂肪酸
重质碳酸钙
重质碳酸镁
六氯酚
2-己基癸醇
己基癸基二甲基辛酯
月桂酸己酯
丝柏酚
蜂蜜
水合氧化铬
盐酸
硬化油
羟基香茅醛
羟乙基纤维素
2-(2-羟基-5 甲基苯基) 苯并三唑
羟丙基纤维素

I

Ichthammol
Inositol
Ionone
Iron Blue
Isoamyl Acetate
Isobutyl Parahydroxybenzoate
Isoeugenol

鱼石脂
肌醇
紫罗兰酮
铁蓝
醋酸异戊酯
对羟基苯甲酸异丁酯
异丁子香酚

Isopropanol
Isopropylmethylphenol
Isopropyl Myristate
-Palmitate
-Parahydroxybenzoate
Isostearic Acid

异丙醇
异丙基甲酚
豆蔻酸异丙酯
棕榈酸异丙酯
对羟基苯甲酸异丙酯
异硬脂酸

J

Japan Wax

野漆树蜡

K

Kaolin

高岭土

L

Lactic Acid
Lactose
Lanolin Acetate
-Alcohol
-Alcohol, Hydrogenated
Lanolin Fatty Acid
-Fatty Acid Isopropyl Ester
-Hydrogenated
Lauric Acid
-Acid Diethanolamide
Lauryl Alcohol
-Dimethylaminoacetic Acid Betaine
Lauryltrimethylammonium Chloride
Light Calcium Carbonate
-Liquid Isoparaffin
-Magnesium Carbonate
Linalool
Linalyl Acetate
Liquefied Petroleum Gas
Liquid Isoparaffin
-Lanolin
-Petrolatum
Lysine Hydrochloride
Lysozyme Chloride

乳酸
乳糖
乙酰化羊毛脂
羊毛醇
氢化羊毛醇
羊毛脂脂肪酸
羊毛脂肪酸异丙酯
氢化羊毛脂
月桂酸
月桂酸二乙醇酰胺
月桂醇
月桂基二甲基氨基乙酸甜菜碱
十二烷基三甲基氯化铵
轻质碳酸钙
轻质液体异链烷烃
轻质碳酸镁
芳樟醇
芳樟醇醋酸酯
液化石油气
液体异链烷烃
液状羊毛脂
石蜡油
赖氨酸盐酸盐
氯化溶菌酶

Magnesium Myristate

-Oxide

-Silicate

-Stearate

-Sulfate

D-Mannitol

dl-Menthol

l-Menthol

l-Menthyl Acetate

L-Methionine

Methoxyethylene Maleic Anhydride Copolymer

p-Methyl Acetophenone

Methyl Anthranilate

Methyl Cellulose

Methyl Cinnamate

-Ethyl Ketone

-Isobutyl Ketone

-Parahydroxybenzoate

2-Methyl-2, 4-Pentanediol

Methylphenyl Polysiloxane

Methyl Polysiloxane

-Salicylate

Mica

Microcrystalline Cellulose

-Wax

Mink Oil

Monoammonium Glycyrrhizinate

Monosodium L-Aspartate

Myristic Acid

Myristyl Lactate

-Myristate

豆蔻酸镁

氧化镁

硅酸镁

硬脂酸镁

硫酸镁

D-甘露糖醇

dl-薄荷醇

l-薄荷醇

醋酸 *l*-莖酯

L-蛋氨酸

甲氧基乙烯马来酐共聚物

对甲基苯乙酮

邻氨基苯甲酸甲酯

甲基纤维素

肉桂酸甲酯

甲基乙基酮

甲基异丁基酮

对羟基苯甲酸甲酯

己二醇

甲基苯基聚硅氧烷

甲基聚氧硅烷

水杨酸甲酯

云母

微晶纤维素

微晶蜡

貂油

甘草酸一铵

L-天冬氨酸钠

豆蔻酸

十四醇乳酸酯

豆蔻酸豆蔻基酯

N

Natural Aluminium Silicate

-Rubber Latex

天然硅酸铝

天然胶乳

Nicotinamide
Nitrocellulose
 γ -Nonalactone

烟酰胺
硝基纤维素
 γ -壬内酯

O

2-Octyl dodecanol
2-Octyldodecyl Myristate
-Oleate
Oleic Acid
-Alcohol
Olive Oil
 γ -Oryzanol
Orthophenylphenol
Oxybenzone

2-辛基十二醇
豆蔻酸 2-辛基十二醇酯
油酸辛基十二醇酯
油酸
油醇
橄榄油
 γ -米谷酚
邻苯基苯酚
2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮

P

Palmitic Acid
Pancreatin
Parachlorophenol
Paraffin
D-Pentothienyl Alcohol
Persic Oil
Petrolatum
Phenol
 β -Phenylethyl Acetate
Phenylethyl Alcohol
Phenyl Salicylate
Phosphoric Acid
Phytosterol
Piperonal
Polyethylene Glycol 200
Polyethylene Glycol 200 Lanolin Fatty Acid
Polyethylene Glycol 300
Polyethylene Glycol 300 Lanolin Fatty Acid
Polyethylene Glycol 400
Polyethylene Glycol 400 Lanolin Fatty Acid
Polyethylene Glycol 600
Polyethylene Glycol 600 Lanolin Fatty Acid

棕榈酸
胰酶
对氯苯酚
石蜡
D-泛醇
桃仁油
凡士林
苯酚
 β -苯乙醇醋酸酯
苯乙醇
水杨酸苯酯
磷酸
植物甾醇
胡椒醛
聚乙二醇 200
羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 200
聚乙二醇 300
羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 300
聚乙二醇 400
羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 400
聚乙二醇 600
羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 600

Polyethylene Glycol 1000	聚乙二醇 1000
Polyethylene Glycol 1000 Lanolin Fatty Acid	羊毛脂肪酸聚乙二醇酯 1000
Polyethylene Glycol 1500	聚乙二醇 1500
Polyethylene Glycol 4000	聚乙二醇 4000
Polyethylene Glycol 6000	聚乙二醇 6000
Polyethylene Glycol 20000	聚乙二醇 20000
Polyethylene Glycol Monolaurate	聚乙二醇单月桂酸酯
Polyethylene Glycol Monooleate	聚乙二醇单油酸酯
Polyethylene Glycol Monostearate	聚乙二醇单硬脂酸酯
Polyethylene Powder	聚乙烯粉
Polyoxyethylene Alkylphenylether Phosphate	聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯
Polyoxyethylene Castor Oil	聚氧乙烯蓖麻油
Polyoxyethylene Cetylether	聚氧乙烯十六烷基醚
-Cetylether Phosphate	聚氧乙烯十六烷基醚磷酸酯
-(2) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide	聚氧乙烯(2)椰子油脂肪酸乙醇酰胺
Polyoxyethylene (5) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide	聚氧乙烯(5)椰子油脂肪酸乙醇酰胺
-(10) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide	聚氧乙烯(10)椰子油脂肪酸乙醇酰胺
-(20) Coconut Fatty Acid Monoethanol Amide	聚氧乙烯(20)椰子油脂肪酸乙醇酰胺
-Glyceryl Monostearate	聚氧乙烯单硬脂酸甘油酯
-Hydrogenated Castor Oil	聚氧乙烯氢化蓖麻油
-Lanolin	聚氧乙烯羊毛脂
-(5) Lanolin Alcohol	聚氧乙烯(5)羊毛醇
-(10) Lanolin Alcohol	聚氧乙烯(10)羊毛醇
-(15) Lanolin Alcohol	聚氧乙烯(15)羊毛醇
-(20) Lanolin Alcohol	聚氧乙烯(20)羊毛醇
-(25) Lanolin Alcohol	聚氧乙烯(25)羊毛醇
-(40) Lanolin Alcohol	聚氧乙烯(40)羊毛醇
-Laurylether	聚氧乙烯月桂基醚
-Lauryether Phosphate	聚氧乙烯月桂基醚磷酸酯
-Nonyl Phenylether	聚氧乙烯壬基苯基醚
-Octylphenylether	聚氧乙烯辛基苯基醚
-Oleylether	聚氧乙烯油基醚

-Oleylether Phosphate

- (2) Polyoxypropylene (2) Butylether
- (4) Polyoxypropylene (4) Butylether
- (5) Polyoxypropylene (5) Butylether
- (10) Polyoxypropylene (7) Butylether
- (9) Polyoxypropylene (10) Butylether
- (12) Polyoxypropylene (12) Butylether
- (20) Polyoxypropylene (15) Butylether
- (17) Polyoxypropylene (17) Butylether
- (35) Polyoxypropylene (28) Butylether
- (30) Polyoxypropylene (30) Butylether
- (45) Polyoxypropylene (33) Butylether
- (36) Polyoxypropylene (36) Butylether
- (37) Polyoxypropylene (38) Butylether
- (1) Polyoxypropylene (1) Cetylether
- (5) Polyoxypropylene (1) Cetylether
- (10) Polyoxypropylene (1) Cetylether
- (20) Polyoxypropylene (1) Cetylether
- (1) Polyoxypropylene (2) Cetylether
- (5) Polyoxypropylene (2) Cetylether
- (10) Polyoxypropylene (2) Cetylether
- (20) Polyoxypropylene (2) Cetylether
- (1) Polyoxypropylene (4) Cetylether
- (5) Polyoxypropylene (4) Cetylether
- (10) Polyoxypropylene (4) Cetylether
- (20) Polyoxypropylene (4) Cetylether
- (1) Polyoxypropylene (8) Cetylether
- (5) Polyoxypropylene (8) Cetylether
- (10) Polyoxypropylene (8) Cetylether
- (20) Polyoxypropylene (8) Cetylether
- (1) Polyoxypropylene Glycol (2)
- (4) Polyoxypropylene Glycol (2)
- (6) Polyoxypropylene Glycol (2)
- (10) Polyoxypropylene Glycol (2)
- (3) Polyoxypropylene Glycol (17)
- (8) Polyoxypropylene Glycol (17)
- (16) Polyoxypropylene Glycol (17)
- (23) Polyoxypropylene Glycol (17)

聚氧乙烯油基醚磷酸酯

- 聚氧乙烯 (2) 聚氧丙烯 (2) 丁醚
- 聚氧乙烯 (4) 聚氧丙烯 (4) 丁醚
- 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (5) 丁醚
- 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (7) 丁醚
- 聚氧乙烯 (9) 聚氧丙烯 (10) 丁醚
- 聚氧乙烯 (12) 聚氧丙烯 (12) 丁醚
- 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (15) 丁醚
- 聚氧乙烯 (17) 聚氧丙烯 (17) 丁醚
- 聚氧乙烯 (35) 聚氧丙烯 (28) 丁醚
- 聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (30) 丁醚
- 聚氧乙烯 (45) 聚氧丙烯 (33) 丁醚
- 聚氧乙烯 (36) 聚氧丙烯 (36) 丁醚
- 聚氧乙烯 (37) 聚氧丙烯 (38) 丁醚
- 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (1) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (2) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (4) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (8) 十六烷醚
- 聚氧乙烯 (1) 聚氧丙烯 (2) 二醇
- 聚氧乙烯 (4) 聚氧丙烯 (2) 二醇
- 聚氧乙烯 (6) 聚氧丙烯 (2) 二醇
- 聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (2) 二醇
- 聚氧乙烯 (3) 聚氧丙烯 (17) 二醇
- 聚氧乙烯 (8) 聚氧丙烯 (17) 二醇
- 聚氧乙烯 (16) 聚氧丙烯 (17) 二醇
- 聚氧乙烯 (23) 聚氧丙烯 (17) 二醇

- (20) Polyoxypropylene Glycol (20)	聚氧乙烯 (20) 聚氧丙烯 (20) 二醇
- (5) Polyoxypropylene Glycol (30)	聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (30) 二醇
- (10) Polyoxypropylene Glycol (30)	聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (30) 二醇
- (25) Polyoxypropylene Glycol (30)	聚氧乙烯 (25) 聚氧丙烯 (30) 二醇
- (160) Polyoxypropylene Glycol (30)	聚氧乙烯 (160) 聚氧丙烯 (30) 二醇
- (30) Polyoxypropylene Glycol (33)	聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (33) 二醇
- (5) Polyoxypropylene Glycol (35)	聚氧乙烯 (5) 聚氧丙烯 (35) 二醇
- (12) Polyoxypropylene Glycol (35)	聚氧乙烯 (12) 聚氧丙烯 (35) 二醇
- (30) Polyoxypropylene Glycol (35)	聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (35) 二醇
- (150) Polyoxypropylene Glycol (35)	聚氧乙烯 (150) 聚氧丙烯 (35) 二醇
- (35) Polyoxypropylene Glycol (40)	聚氧乙烯 (35) 聚氧丙烯 (40) 二醇
- (50) Polyoxypropylene Glycol (40)	聚氧乙烯 (50) 聚氧丙烯 (40) 二醇
- (200) Polyoxypropylene Glycol (40)	聚氧乙烯 (200) 聚氧丙烯 (40) 二醇
- (7) Polyoxypropylene Glycol (50)	聚氧乙烯 (7) 聚氧丙烯 (50) 二醇
- (8) Polyoxypropylene Glycol (55)	聚氧乙烯 (8) 聚氧丙烯 (55) 二醇
- (30) Polyoxypropylene Glycol (55)	聚氧乙烯 (30) 聚氧丙烯 (55) 二醇
- (300) Polyoxypropylene Glycol (55)	聚氧乙烯 (300) 聚氧丙烯 (55) 二醇
- (10) Polyoxypropylene Glycol (65)	聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (65) 二醇
- (10) Polyoxypropylene Glycol (70)	聚氧乙烯 (10) 聚氧丙烯 (70) 二醇
- (200) Polyoxypropylene Glycol (70)	聚氧乙烯 (200) 聚氧丙烯 (70) 二醇
- Sorbitan Monolaurate (20 E.O.)	聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇 单月桂酸酯
- Sorbitan Monooleate (6 E.O.)	聚氧乙烯 (6 E.O.) 失水山梨醇 单油酸酯
- Sorbitan Monooleate (20 E.O.)	聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇 单油酸酯
- Sorbitan Monopalmitate (20 E.O.)	聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇 单棕榈酸酯
- Sorbitan Monostearate (6 E.O.)	聚氧乙烯 (6 E.O.) 失水山梨醇 单硬脂酸酯
- Sorbitan Monostearate (20 E.O.)	聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇 单硬脂酸酯
- Sorbitan Trioleate (20 E.O.)	聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇 三油酸酯
- Sorbitan Tristearate (20 E.O.)	聚氧乙烯 (20 E.O.) 失水山梨醇 三硬脂酸酯
Polyoxyethylene Sorbitol Hexastearate	聚氧乙烯山梨醇六硬脂酸酯
- Sorbitol Monoaurate	聚氧乙烯山梨醇单月桂酸酯

-Sorbitol Tetraoleate	聚氧乙烯山梨醇四油酸酯
-Stearoylamide	聚氧乙烯硬脂酰胺
-Stearylether	聚氧乙烯硬脂基醚
-Stearylether Phosphate	聚氧乙烯硬脂基醚磷酸酯
Polyoxypropylene(2)Butylether	聚氧丙烯(2)丁醚
-(4)Butylether	聚氧丙烯(4)丁醚
-(12)Butylether	聚氧丙烯(12)丁醚
-(15)Butylether	聚氧丙烯(15)丁醚
-(17)Butylether	聚氧丙烯(17)丁醚
-(20)Butylether	聚氧丙烯(20)丁醚
-(24)Butylether	聚氧丙烯(24)丁醚
-(26)Butylether	聚氧丙烯(26)丁醚
-(30)Butylether	聚氧丙烯(30)丁醚
-(33)Butylether	聚氧丙烯(33)丁醚
-(40)Butylether	聚氧丙烯(40)丁醚
-(52)Butylether	聚氧丙烯(52)丁醚
Polyvinyl Alcohol	聚乙烯醇
Polyvinylpyrrolidone	聚乙烯吡咯烷酮
Potassium Bromate	溴酸钾
-Chloride	氯化钾
-Hydroxide	氢氧化钾
-Phosphate, Monobasic	磷酸二氢钾
-Sorbate	山梨酸钾
Potato Starch	马铃薯淀粉
Precipitated Calcium Carbonate	沉淀碳酸钙
Propyleneglycol	丙二醇
-Alginate	藻酸丙二醇酯
-Dioleate	丙二醇二油酸酯
-Monostearate	丙二醇单硬脂酸酯
Propyl Gallate	鞣酸丙酯
-Parahydroxybenzoate	对羟基苯甲酸丙酯
Purified Water	精制水
Pyridoxine Dioctanoate	吡哆醇二辛酸酯
-Dipalmitate	吡哆醇二棕榈酸酯
-Hydrochloride	盐酸吡哆醇
DL-Pyrrolidonecarboxylic Acid	DL-吡咯烷酮羧酸

R

Red Oxide of Iron
Resin
Resorcin
Retinol Acetate
-Palmitate
Rice Starch

三氧化二铁
松香
间苯二酚
视黄醇醋酸酯
视黄醇棕榈酸酯
大米淀粉

S

Saccharated Pepsin
Saccharin
-Sodium
Safflower Oil
Salicylic Acid
L-Serine
DL-Serine
Sesame Oil
Shellac
Silicic Anhydride
Silicon Resin
Skimmed Milk Powder
Soap Base
Sodium Alginate
-Ascorbate
-Benzoate
-Bisulfite
Sodium Bicarbonate
-Borate
-Bromate
-Carbonate
-Carboxymethyl Cellulose
-Cetyl Sulfate
-Chloride
-Chondroitin Sulfate
-Citrate
-Copper Chlorophyllin
-Dehydroacetate

含糖胃蛋白酶
糖精
糖精钠
红花油
水杨酸
L-丝氨酸
DL-丝氨酸
芝麻油
紫胶
无水硅酸
硅树脂
脱脂乳粉
皂坯
藻酸钠
抗坏血酸钠
苯甲酸钠
亚硫酸氢钠
碳酸氢钠
硼砂
溴酸钠
碳酸钠
羧甲基纤维素钠
十六烷基硫酸钠
氯化钠
硫酸软骨素钠
柠檬酸钠
铜叶绿素钠
脱氢乙酸钠

-Hydroxide	氢氧化钠
-Lactate Solution	乳酸钠溶液
- <i>N</i> -Lauroyl Sarcosinate	<i>N</i> -月桂酰肌氨酸钠
- β -Laurylaminopropionate	β -月桂基氨基丙酸钠
- <i>N</i> -Lauroyl-L-glutamate	<i>N</i> -月桂酰-L-谷氨酸钠
-Lauroylmethyl Taurate	月桂酰甲基牛磺酸钠
-Lauroylmethyl Taurate Solution	月桂酰甲基牛磺酸钠液
-Lauryl Sulfate	月桂基硫酸钠
-Metaphosphate	偏磷酸钠
- <i>N</i> -Myristoyl-L-glutamate	<i>N</i> -肉豆蔻酰-L-谷氨酸钠
-Oxalate	草酸钠
-Perborate	过硼酸钠
-Polyacrylate	聚丙烯酸钠
-Polyoxyethylene Alkylphenylether Phosphate	聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯钠盐
-Polyoxyethylene Cetyلهther Phosphate	聚氧乙烯十六烷基醚磷酸酯钠盐
-Polyoxyethylene Lauryلهther Phosphate	聚氧乙烯月桂醚磷酸钠
-Polyoxyethylene Lauryلهther Sulfate	聚氧乙烯月桂醚硫酸钠
-Polyoxyethylene Oleylether Phosphate	聚氧乙烯油基醚磷酸酯钠盐
-Polyphosphate	多聚磷酸钠
-Phosphate, Dibasic	磷酸氢二钠
-Phosphate, Monobasic	磷酸二氢钠
-Phosphate, Tribasic	磷酸三钠
-Phosphate, Tribasic, Anhydrous	无水磷酸三钠
-Pyrophosphate	焦磷酸钠
-Pyrophosphate, Anhydrous	无水焦磷酸钠
-Pyrosulfate	焦亚硫酸钠
-DL-Pyrrolidone Carboxylate Solution	DL-吡咯烷酮羧酸钠溶液
-Salicylate	水杨酸钠
-Silicate	硅酸钠
- <i>N</i> -Stearoyl-L-glutamate	<i>N</i> -硬脂酰-L-谷氨酸钠
-Sulfate	硫酸钠
-Sulfite Anhydrous	无水亚硫酸钠
-Tetradecene Sulfonate	α -烯烴磺酸钠
-Thiosulfate	硫代硫酸钠
Soft Lanolin Fatty Acid	软质羊毛脂脂肪酸
Sorbic Acid	山梨酸
Sorbitan Monoisostearate	失水山梨醇单异硬脂酸酯

-Monolaurate	失水山梨醇单月桂酸酯
-Monooleate	失水山梨醇单油酸酯
-Monopalmitate	失水山梨醇单棕榈酸酯
-Monostearate	失水山梨醇单硬脂酸酯
Sorbitan Sesquioleate	失水山梨醇倍半油酸酯
-Sesquistearate	失水山梨醇倍半硬脂酸酯
-Trioleate	失水山梨醇三油酸酯
-Tristearate	失水山梨醇三硬脂酸酯
Sorbitol	山梨醇
-Solution	山梨醇液
Soybean Oil	大豆油
-Phospholipid	大豆磷脂
Spermaceti	鲸蜡
Squalane	角鲨烷
Stearic Acid	硬脂酸
Stearic Acid Diethanolamide	硬脂酸二乙醇酰胺
Stearic Acid Monoethanolamide	硬脂酸乙醇酰胺
Stearyl Alcohol	硬脂醇
Stearyldimethylbenzylammonium Chloride	硬脂基二甲基苄基氯化铵
Stearyl Glycyrrhetinate	硬脂基甘草亭酸酯
Stearyltrimethylammonium Chloride	硬脂基三甲基氯化铵
Strong Ammonia Solution	浓氨水
Succinic Acid	琥珀酸
Sucrose	蔗糖
-Fatty Acid Ester	蔗糖脂肪酸酯
Sulfur	硫
Synthetic Aluminium Silicate	合成硅酸铝

T

Talc	滑石粉
Tartaric Acid	酒石酸
Terpineol	松油醇
Terpinyl Acetate	松油醇醋酸酯
Tetrasodium Edetate Dihydrate	乙二胺四乙酸四钠二水盐
-Edetate Tetrahydrate	乙二胺四乙酸四钠四水盐
Thianthol	噻嗯素
Thiram	秋兰姆
L-Threonine	L-苏氨酸

Thymol
 Titanated Mica
 Titanium Dioxide
dl- α -Tocopherol
 -Acetate
 Toluene
 Tragacanth
 Trichlorocarbanilide
 Trichloromonofluoromethane
 Triethanolamine
 Triethanolamine Lauryl Sulfate
 -Polyoxyethylene Alkylphenylether
 Phosphate
 -Polyoxyethylene Laurylether Sulfate
 Triisopropanolamine
 Trisodium Edetate
 Tsubaki Oil

百里酚
 含钛云母
 二氧化钛
dl- α -生育酚
dl- α -生育酚醋酸酯
 甲苯
 黄蓍胶
 三氯二苯脲
 三氯一氟甲烷
 三乙醇胺
 月桂基硫酸三乙醇胺
 聚氧乙烯烷基苯基醚磷酸酯三乙醇胺
 盐
 聚氧乙烯月桂醚硫酸三乙醇胺盐
 三异丙醇胺
 乙二胺四乙酸三钠
 山茶油

U

Ultramarine
 γ -Undecalactone
 Undecylenic Acid
 -Acid Monoethanolamide
 Urea
 Urocanic Acid

群青
 γ -十一烷酸内酯
 十一烯酸
 十一烯酸乙醇酰胺
 尿素
 尿刊酸

V

Vanillin
 Vitamin A Oil

香兰素
 维生素 A 油

W

Wheat Starch

小麦淀粉

X

Xylene
 Xylitol

二甲苯
 木糖醇

Yellow Ocher
Yellow Oxide of Iron

Y

黄赭石
氧化铁黄

Z

Zinc Chloride
-Laurate
-Myristate
-Oxide
-Palmitate
-Paraphenol Sulfonate
-Stearate
-Sulfate
-Undecylenate
Zirconium Dioxide

氯化锌
月桂酸锌
豆蔻酸锌
氧化锌
棕榈酸锌
对羟基苯磺酸锌
硬脂酸锌
硫酸锌
十一烯酸锌
二氧化锆

(二) 化妆品原料试验用特种试药中英文对照

Acetaldehyde
Acriflavine Hydrochloride
Alizarin Complexon
Alizarin S
4-Aminoantipyrène
Ammonium Citrate
Ammonium Ferric Sulfate
Ammonium Persulfate
Aniline
Anthrone
Aqua Regia
Arsenazo III
Ascorbic Acid
Barium Perchlorate
Benzethonium Chloride
Benzidine
Benzoyl Chloride
Biuret
Blue Tetrazolium ($C_{40}H_{32}Cl_2N_8O_2$)

乙醛
盐酸吡啶黄素
茜素配位酮
茜素 S
4-氨基安替比林
柠檬酸铵
硫酸铁铵
过硫酸铵
苯胺
蒽酮
王水
偶氮肿 III
抗坏血酸
高氯酸钡
氯化苄基
联苯胺
苯甲酰氯
缩二脲
蓝四唑盐化物

Bromocresol Green
Bromocresol Purple
Bromophenol Blue
Bromothymol Blue
Caffeine
Calcium Disodium Edetate
Camphor
Catechol
Cetrimide
Cetyl Pyridinium Chloride
Chloramine T
p-Chloroaniline
Chloroform
p-Chlorophenol
Cholesterol
Choline Chloride
Chromotropic Acid
Citric Acid
Cobaltous Chloride
Congo Red
Cortisone Acetate
m-Cresol purple
Cresol Red
Crystal Violet
Curcuma Paper
Cyanogen Bromide
Cyclohexane
Diaminobenzidine Hydrochloride
2,6-Dibromoquinone Chlorimide
Dibutyl Maleate
1,2-Dichloroethane
2,6-Dichloroquinone Chlorimide
Diethyl Carbonate
Digitonin
Dimethyl Aminobenzaldehyde
Dimethyl Aminocinnamaldehyde
Dimethyl Aniline
Dimethyl Carbonate

溴甲酚绿
溴甲酚红紫
溴酚蓝
溴百里酚蓝
咖啡因
EDTA 二钠钙
樟脑
儿茶酚
C_{14~16} 烷基三甲基溴化铵
十六烷基吡啶氯化物
氯胺 T
对氯苯胺
氯仿
对氯苯酚
胆固醇
胆碱盐酸盐
铬变酸
柠檬酸
氯化钴
刚果红
醋酸可的松
间甲酚紫
甲酚红
结晶紫
姜黄试纸
溴化氰
环己烷
二氨基联苯胺盐酸盐
2,6-二溴醌氯亚胺
顺丁烯二酸二丁酯
1,2-二氯乙烷
2,6-二氯醌氯亚胺
碳酸二乙酯
毛地黄皂苷
二甲基氨基苯甲醛
二甲基氨基肉桂醛
二甲基苯胺
碳酸二甲酯

Dimethylformamide
 Dimethylglyoxime
 Dimethyl Sulfoxide
 3,5-Dinitrobenzoyl Chloride
 2,4-Dinitro Chlorobenzene
 2,4-Dinitro Phenylhydrazine
 Dioctyl Phthalate
 Dioctyl Sebacate
 Dioxane
 Diphenylamine
 Diphenyl Carbazone
 α, α -Dipyridyl
 Dithizone
 Dragendorff Solution
 Eosine
 Eriochrome Black T
 Estradiol
 Ethyl Chloroformate
 Ethylene Glycol
 Fehling's Solution
 Fuchsin
 Furfurol
 Glass Wool
 Glycerin
 Glycolether diaminotetraacetic Acid
 (GEDTA)
 Hydrogen Peroxide
 Hydrocortisone
 Hydroquinone
 Hydroxylamine Hydrochloride
 NN-Indicator
 Indigo Carmine
 Iodine Trichloride
 Isatin
 Isobutanol
 Isopropanol
 Isopropylether
 Karl Fischer Reagent

二甲基甲酰胺
 丁二酮肟
 二甲基亚砷
 3,5-二硝基苯甲酰氯
 2,4-二硝基氯苯
 2,4-二硝基苯肼
 邻苯二甲酸二辛酯
 癸二酸二辛酯
 二噁烷
 二苯胺
 二苯卡巴腴
 α, α -邻联吡啶
 双硫腙, 二苯基硫卡巴腴
 德拉根道夫试液
 曙红
 羊毛铬黑 T, 铬黑 T
 雌二醇
 氯甲酸乙酯
 乙二醇
 费林试液
 品红
 糠醛
 玻璃棉
 甘油
 乙二醇醚二胺四乙酸
 过氧化氢
 氢化可的松
 对苯二酚
 盐酸羟胺
 NN-指示剂
 靛蓝胭脂红
 三氯化碘
 靛红
 异丁醇
 异丙醇
 异丙醚
 卡尔·费休试剂

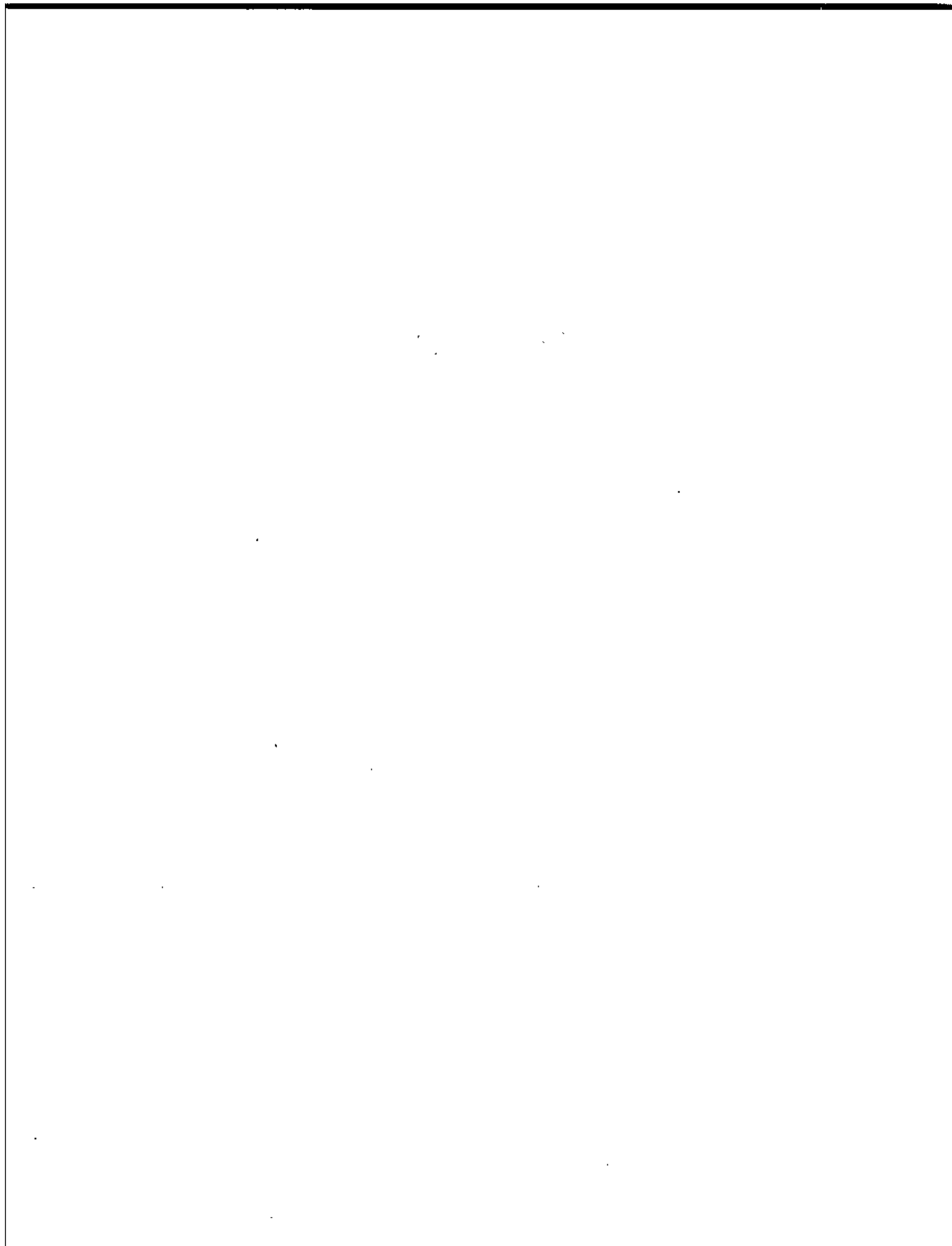
Kieselguhr	硅藻土
Lactic Acid	乳酸
Lysozyme Chloride	溶菌酶氯化物
Mandelic Acid	扁桃酸
Mayer's Reagent	迈尔生物碱试剂
Metallic Sodium	金属钠
Menthol	薄荷脑
Mercuric Acetate	醋酸汞
Methyl Green	甲基绿
Methyl Orange	甲基橙
Methyl Red	甲基红
Methyl Silicone	聚甲基硅氧烷
Methyl Violet	甲基紫
Methyl Yellow	甲基黄
Methylene Blue	亚甲基蓝
Monoethanolamine	乙醇胺
Morpholine	吗啉
α -Naphthol	α -萘酚
α -Naphthol Benzine	α -萘酚苯
Naphthoresorcinol	间萘二酚
α -Naphthyl Amine	α -萘胺
<i>N</i> -(1-Naphthyl) <i>N'</i> -diethylethylene diamine Oxalic Acid Salt	<i>N</i> (1-萘基) <i>N'</i> -二乙基乙二胺草酸盐
<i>N</i> -(1-Naphthyl)ethylenediamine Hydrochloride	<i>N</i> (1-萘基)乙二胺盐酸盐
Nessler's Reagent	奈斯勒试剂
Ninhydrin	(水合)茚三酮
O-Nitrobenzaldehyde	邻硝基苯甲醛
Nitrobenzene β -Nitroso- α -Naphthol	硝基苯 β -亚硝基- α -萘酚
5-Nitroso-8-Oxyquinoline	5-亚硝基-8-羟基喹啉
<i>n</i> -Octadecane	正十八烷
Octanol	辛醇
Oleic Acid	油酸
Pentaerythritol	季戊四醇
Periodic Acid	高碘酸
O-phenathroline	菲咯啉
Phenolphthalein	酚酞
Phenol Red	酚红

Phenylhydrazine Hydrochloride	苯肼盐酸盐
Phloroglucinol	间苯三酚
Phosphomolybdic Acid	磷钼酸
Piperidine	哌啶
Potassium Cyanide	氰化钾
Potassium Oleate	油酸钾
Potassium Perchlorate	高氯酸钾
Potassium Periodate	高碘酸钾
Potassium Pyroantimoniate	焦锑酸钾
Potassium Sodium Tartrate	酒石酸钾钠
Prednisolone	脱氢皮醇
Pyrazolone	吡唑啉酮
Pyridine	吡啶
Pyrogallol	焦枹酚
Pyrrole	吡咯
Reinecke's Salt	雷纳克盐
Resorcin	间苯二酚
Retinol	视黄醇, 维生素 A
Salicylaldehyde	水杨醛
Selenium	硒
Silicone Oil	硅油
Silicone Resin	硅树脂
Silver Diethyldithiocarbamate	二乙基二硫代甲酸银
Silver Perchlorate	高氯酸银
Sodium Bitartrate	酒石酸氢钠
Sodium Citrate	柠檬酸钠
Sodium Hypochlorite	次氯酸钠
Sodium β -Naphthoquinone-4-Sulfonate	β -萘醌 4 磺酸钠
Sodium Nitroprussiate	硝普酸钠
Sodium Oxalate	草酸钠
Sodium Peroxide	过氧化钠
Sodium Tungstate	钨酸钠
Succinic Acid Diethyleneglycol Polyester	琥珀酸二乙二醇聚酯
Sulfaminic Acid	氨基磺酸
Sulfanilic Acid	对氨基苯磺酸
Tannic Acid	鞣酸
Tartaric Acid	酒石酸
Tetrahydrofuran	四氢呋喃

Tetraphenyl Boron Sodium
Thiourea
Thorium Nitrate
Thymol
Thymol Blue
Thymol phthalein
Titan Yellow
Titanium Trichloride
O-Toluene Sulfonamide
Triethanolamine
Triphenylchloromethane
Uranyl Acetate
Vanillin
Xylene
Xylenol Orange
Zinc Amalgam
Zinc Uranyl Acetate

四苯基硼钠
硫脲
硝酸钍
百里酚
百里酚蓝
百里酚酞
钛黄
三氯化钛
邻甲苯磺酰胺
三乙醇胺
三苯基氯甲烷
醋酸铀酰
香兰素
二甲苯
二甲酚橙
锌汞齐
醋酸铀酰锌

附 录



中华人民共和国国家标准

消费品使用说明 日用化妆品使用说明

Instructions for use of products
of consumer interest
Instructions for use of cosmetics

UDC 658.62.004
.2

GB 5296.3—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了日用化妆品使用说明的编写原则和基本内容。目的是保护消费者利益。

本标准适用于日用化妆品（包括类药化妆品），不适用于戏剧化妆用品。

2 引用标准

GB 5296.1《消费品使用说明 总则》

3 术语

日用化妆品——用涂敷、揉擦、喷洒等不同方式涂加人体面部、皮肤表面以及毛发等处，起保护、清洁、美化作用的一种产品（不包括牙膏、香皂）。

4 使用说明的形式

4.1 根据产品的特点采用以下形式：

- a. 产品包装上的使用说明；
- b. 使用说明书；
- c. 说明性标签。

4.2 一般情况下应尽量采用包装上的使用说明或使用说明书的形式。

4.3 某些产品当必须说明而在包装上或说明性标签上表达有困难时应另附使用说明书。

4.4 某些产品不便附使用说明时，应在销售点采用适当的使用说明形式，向消费者提供使用信息。

5 基本要求

5.1 化妆品出厂必须附使用说明。

国家标准局 1987-12-29 批准

1988-11-01 实施

5.2 使用说明应明确地给出产品主要性能、用途及安全正确使用的方法。

5.3 使用说明应如实介绍产品，不得有夸大和虚假的宣传内容。

5.4 使用说明应简单明了、通俗易懂，使用说明中的术语和计量单位应符合国家相应的标准或规定。

5.5 使用说明应清晰，版面大小要适当，如使用几种文字时，则每种文字要相互区分清楚。

6 基本内容

6.1 商标、品名、生产许可证编号。

6.2 产品用途。

6.3 生产日期。

6.4 保质期。

6.5 生产厂名称及厂址。

6.6 容量或重量。

6.7 香型。

6.8 主要原料。

6.9 使用方法。

6.10 使用注意事项及安全警告。

6.11 产品贮存条件及方法。

7 基本内容的表示规则

7.1 产品名称

产品名称应符合国家、专业（部）、企业标准的名称，并与其实际内容相吻合。

7.2 产品用途

7.2.1 根据需要编写产品用途，可包括产品的用途、特点、适用范围等。

7.2.2 对某些有特殊要求的产品应标明其不适用的范围。

7.3 生产日期

化妆品使用说明中必须标明生产日期。标明方式为×年×月。

7.4 保质期

对于容易变质或含有药物成分等的特殊产品，必须标明保质期限。标明方式为“保质期×年”或“保质期×个月”。

7.5 主要原料

7.5.1 化妆品使用说明中必须标明主要原料成分，对于类药化妆品应标明主要药物成分。

7.5.2 对皮肤有刺激的限量使用的原料应标明其含量。

7.6 使用方法

7.6.1 根据需要给出正确的使用方法（包括使用顺序）。

7.6.2 对于某些具有新型包装的产品应标明打开包装的方法。

7.7 注意事项及安全警告

7.7.1 某些使用中有特殊要求的产品应标明使用注意事项，及违反正确使用方法产生事故的紧急处理方法。

7.7.2 对某些可能因误用而危及消费者安全的产品，应提出警告。

8 产品标准中有关使用说明的章节

在产品标准中应对使用说明所包括的必要项目作出规定，或直接引用本标准。

附加说明：

本标准由中国标准化综合研究所提出并归口。

本标准由中国标准化综合研究所、轻工部标准化研究所、北京日化三厂、上海日化研究所负责起草。

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生标准

Hygienic standard for cosmetics

UDC 668.58:613
.49

GB 7916—87

1 总则

1.1 为向广大消费者提供符合卫生要求的化妆品，确保化妆品的卫生质量和使用安全，加强化妆品的卫生监督管理，保障人民身体健康，特制定本标准。

1.2 化妆品系指涂、擦、散布于人体表面任何部位（如表皮、毛发、指甲、口唇等）或口腔粘膜，以达到清洁、护肤、美容和修饰目的的产品。

1.3 在国内从事化妆品生产、销售都必须遵守本标准。进口化妆品也必须符合本标准的规定。

1.4 地、市以上（含地、市）卫生防疫部门负责对辖区内的化妆品生产实行卫生监督；县以上（含县）卫生防疫部门负责对所辖区内的化妆品销售实行卫生监督。

1.5 在卫生部下设“化妆品安全性评审组”，负责对全国化妆品安全性的有关重大和疑难问题进行评审。其办事机构负责受理进口化妆品原料及化妆品产品的注册、登记、审查等事宜。

2 化妆品卫生标准

2.1 一般要求

2.1.1 化妆品必须外观良好，不得有异臭。

2.1.2 化妆品不得对皮肤和粘膜产生刺激和损伤作用。

2.1.3 化妆品必须无感染性，使用安全。

2.2 对原料的要求

2.2.1 禁止使用表2中所列物质为化妆品组分。

2.2.2 凡以表3至表6中所列物质为化妆品组分的，必须符合表中所作规定。

2.2.3 凡使用两种以上表3至表6中所列物质为化妆品组分时，必须符合如下规定：具有同类作用的物质，其用量与表中规定限量之比的总和不得大于1。

2.3 对产品的要求

2.3.1 化妆品的微生物学质量应符合下述规定：

2.3.1.1 眼部、口唇、口腔粘膜用化妆品以及婴儿和儿童用化妆品细菌总数不得大于500个/ml或500个/g。

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

2.3.1.2 其他化妆品细菌总数不得大于 1000 个/ml 或 1000 个/g。

2.3.1.3 每克或每毫升产品中不得检出粪大肠菌群、绿脓杆菌和金黄色葡萄球菌。

2.3.2 化妆品中所含有毒物质不得超过表 1 中规定的限量。

表 1 化妆品中有毒物质限量

有毒物质	限量, ppm	备 注
汞	1	含有机汞防腐剂的眼部化妆品除外 (见表 4)
铅 (以铅计)	40	含乙酸铅的染发剂除外 (见表 6)
砷 (以砷计)	10	
甲醇	0.2%	

2.4 化妆品包装材料必须无毒和清洁。

2.5 化妆品标签上应用中文注明产品名称、生产企业、产地, 包装上要注明批号。对含药物化妆品或可能引起不良反应的化妆品尚需注明使用方法和注意事项。

2.6 对演员化妆品的某些特殊要求另订。

3 化妆品的卫生检验和监督

3.1 对化妆品卫生指标的检验按 (GB 7917.1~7917.4—87)《化妆品卫生化学标准检验方法》和 (GB 7918.1~7918.5—87)《化妆品微生物标准检验方法》进行。

3.2 对化妆品原料和产品的安全性评价按 GB 7919—87《化妆品安全性评价程序和方法》进行。

3.3 化妆品监督部门有权派员到所辖区化妆品生产厂检查生产过程的卫生情况以及抽样检查产品的卫生质量。

3.4 监督人员抽检的样品, 必须立即贴上封条, 并贴标签注明采样地点、日期、采样人和其他有关事项。

3.5 监督部门应有计划地对化妆品生产和销售的卫生管理和产品的安全卫生问题进行不定期的检查。

表 2 化妆品组分中禁用物质

序号	中文名称	英文名称
1	[乙二酰双(亚氨基乙基)]双[(O-氯苄基)二乙基铵]盐类: 例如: 安贝氯铵(酶斯的明)	[oxalylbis(iminoethylene)]bis [(O-chlorobenzyl) diethylammonium] salts, e.g. ambenomium chloride*
2	乙硫烟胺	ethionamide*(2-ethylisonicotinethioamide; α -ethylisonicotinic thioamide; 2-ethyl-4-thiocarbamoylpyridine)
3	3-乙基-5',6',7',8'-四氢-5',6',8',8'-四甲基-2'-乙酰萘 (乙酰乙基四甲萘满, AETT)	3'-ethyl-5',6',7',8'-tetrahydro-5',6',8',8'-tetramethyl-2'-acetonephthalene (acetyl ethyl tetramethyl tetralin, AETT)
4	乙酰胆碱及其盐类	(2-acetoxyethyl) trimethylammonium hydroxide (acetylcholine) and its salts
5	二甲己胺及其盐类	octodrine* (1,6-dimethylhexylamine; 2-amino-6-methylheptane) and its salts
6	1,3-二甲戊胺及其盐类	1,3-dimethylpentylamine and its salts
7	二羟西君及其盐类	dioxethedrin* [1-(3,4-dihydroxyphenyl)-2-ethylamino-1-propanol] and its salts
8	二甲苯胺类及它们的同分异构体、盐类以及卤化的和磺化的衍生物	xylydines, their isomers, salts and halogenated and sulphonated derivatives
9	2,3-二氯-2-甲基丁烷	2,3-dichloro-2-methylbutane
10	二硫化碳	carbon disulphide
11	O,O'-二乙酰基-N-烯丙基-N-去甲基吗啡碱	O, O'-diacetyl-N-allyl-N-normorphine
12	5-(α , β -二溴苯乙基)-5-甲基乙内酰脲	5-(α , β -dibromophenethyl)-5-methylhydantoin
13	二氯乙烷(氯化乙烯)	dichloroethanes (ethylene chlorides)
14	二氯乙烯(氯化乙炔)	dichloroethylenes (acetylene chlorides)
15	二甲胺	dimethylamine
16	二甲双胍及其盐类	metformin*(1,1-dimethylbiguanide; N, N-dimethylguanylguanidine) and its salts
17	二硝基苯酚同分异构体	dinitrophenol isomers
18	5,5-二苯基-4-咪唑酮	5,5-diphenyl-4-imidazole; done
19	二苯沙啉	difenclozazine*(4-[2-(p-chloro- α -phenylbenzyloxy) ethyl]morpholine)
20	4,4'-二羟基-3,3'-(3-甲基硫代亚丙基)双香豆素	4,4'-dihydroxy-3,3'-(3-methylthiopropylidene)-dicoumarin
21	二甲亚砜	dimethyl sulfoxide*
22	二噁烷	dioxane
23	二氯 N-水杨酰苯胺	dichlorosalicylanilides
24	二溴 N-水杨酰苯胺	dibromosalicylanilides
25	二甲基甲酰胺	dimethylformamide
26	二氢速留醇	dihydrotachysterol*(dichystrol)
27	二苯拉林及其盐类	diphenylpyraline*(4-benzhydryloxy-1-methylpiperidine) and its salts
28	二次亚碘酸 5,5'-二异丙基-2,2'-二甲基联苯-4,4'-二基酯	5,5'-di-isopropyl-2,2'-dimethylbiphenyl-4,4'-diyl dihydroiodide
29	丁卡因(地卡因)及其盐类	tetracaine* (deanol p-butylaminobenzoate) and its salts

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
30	丁苯那唑及其盐类	tetrabenazine*(1,3,4,6,7,11b-hexahydro-3-isobutyl-9,10-dimethoxy-2H-berzo(a)quinolizin-2-one)and its salts
31	丁二腈(琥珀腈)	succinonitrile
32	1-丁基-3-(N-巴豆酰对氨基苯磺酰)脲	1-butyl-3-(N-crotonoylsulphanilyl)urea
33	三碘甲腺丙酸及其盐类	thyropropic acid* and its salts[4-(4-hydroxy-3-iodophenoxy)-3,5-diiodohydrocinnamic acid]
34	三氯乙酸	trichloroacetic acid
35	三甲沙林(天然精油中规定量除外)	trioxysalen*(4,5,8-trimethylpsoralen;trioxsalen) except for normal content in the natural essences used
36	三氟哌丁苯	trifluoperidol*(1-[3-(p-fluorobenzoyl)propyl]-4-(m-trifluoromethylphenyl)-4-piperidinol)
37	三乙蜜胺	tretamine*[2,4,6-tris(1-aziridiny)-s-triazine]; triethylenemelamine)
38	三氯硝基甲烷(氯化苦)	trichloronitromethane(chloropicrine)
39	2,2,2-三氯化乙烷-1,1-二醇	2,2,2-trichloroethane-1,1-diol
40	3,4,5-三甲氧苯乙基胺及其盐类	3,4,5-trimethoxyphenyl thylamine and its salts
41	2,2,2-三溴乙醇	2,2,2-tribromoethanol(tribromoethyl alcohol)
42	三硝酸甘油酯(硝酸甘油)	propane-1,2,3-triyl trinitrate
43	三氯氮芥及其盐类	trichlormethine* [tris(2-chloroethyl)amine; 2,2',2"-trichlorotriethylamine] and its salts
44	马钱子和它的草药制剂	strychnos species and their galenical preparations
45	马钱子碱(布鲁生)	brucine
46	α -山道年	α -santonin [(35, 5aR, 9bS) -3, 3a, 4, 5, 5a, 9b-hexahydro-3, 5a, 9-trimethylnaphtho(1,2-b)furzn-2,8-dione]
47	士的宁及其盐类	strychnine and its salts
48	己环酸钠	sodium hexacyclonate* (sodium 2-(1-hydroxymethylcyclohexyl)acetate)
49	己丙氮酯	hexapropymate*(1-(2-propynyl)cyclohexanol carbamate)
50	土荆芥(精油)	chenopodium ambrosioides(essential oil)
51	双香豆素	dicoumarol*(3,3'-methylenebis (4-hydroxyconmarin)
52	N,N-双(2-氯乙基)甲胺-N-氧化物及其盐类	N,N-bis(2-chloroethyl)methylamine N-oxide and its salts
53	双硫仑和单硫仑(舒非仑)	disulfiram*(tetraethylthiuram disulfide; bis (diethylthiocarbamyl)disulfide)and monosulfiram* (sulfiram; tetraethylthiuram monosulfide)
54	2,5-双(1-氮杂环丙烷基)-3,6-二丙氧基-1,4-苯醌	inproquone*(2,5-bis(1-aziridiny)-3,6-dipropoxy-1,4-benzoquinone)
55	双(4-羟基-2-氧代-1-苯并吡喃-3-基)乙酸乙酯及酸的盐类	ethyl bis (4-hydroxy-2-oxo-1-benzopyran-3-yl) acetate and salts of the acid

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
56	巴比妥酸盐类	barbiturates
57	巴豆 (巴豆油)	croton tiglium (oil)
58	匹莫林及其盐类	pemoline* (2-amino-5-phenyl-2-oxazolin-4-one) and its salts
59	匹哌氮酯及其盐类	pipazetate* (2-(2-piperid-1-ylethoxy) ethyl ester of 10 Hpyrido (3,2-b) (1,4) benzothiazine 10-carboxylic acid and its salts
60	乌头碱及其盐类	aconitine (principal alkaloid of aconitum napellus L.) and its salts
61	五氯乙烷	pentachloroethane
62	五羧亚硝酰基高铁酸碱金属盐	alkali pentacyannitrosylferrate (2-)
63	五甲溴铵	pentamethonium bromide* (N,N'-pentamethylenebis(trimethylammonium) bromide)
64	六氯代苯 (1,2,3,4,5,6-六氯环己烷)	1,2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexane (BHC-ISO)
65	六氯乙烷	hexachloroethane
66	六甲溴铵	hexamethonium bromide* (N,N'-hexamethylenebis(trimethylammonium) bromide)
67	比他维林	bietamiverine* (2-diethylaminoethyl α -phenyl-1-piperidineacetate)
68	贝托卡因及其盐类	betoxycaine* (2-(2-diethylaminoethoxy) ethyl 3-amino-4-butoxybenzoate) and its salts
69	贝美格 (美解眠) 及其盐类	bemegride* (3-ethyl-3-methylglutarimide) and its salts
70	贝那替秦	benactyzine* (2-diethylaminoethyl benzoate)
71	天仙子碱及其盐类和衍生物	hyoscyne, its salts and derivatives
72	天仙子胺及其盐类和衍生物	hyoscyamine, its salts and derivatives
73	天仙子的叶、种子、粉末和草药制剂	cyoscyamus niger L. (leaves, seeds, powder and galenical preparations)
74	无机亚硝酸盐类 (亚硝酸钠除外)	inorganic nitrites, with the exception of sodium nitrite listed in annex 3
75	木防己苦毒素 (印防己毒素)	picrotoxin
76	匹鲁卡品及其盐类	pilocarpine (5-[(4-ethyl-2,3,4,5-tetrahydrofuran-6-on-3-yl)methyl]-1-metnylimidazole) and its salts
77	毛果芸香及其草药制剂	pilocarpus jaborandi holmes and its galenical preparations
78	月桂树籽油	oil from the seeds of laurus nobilis L.
79	2-甲基庚胺及其盐类	2-methylheptylamine and its salts
80	8-甲氧补骨脂素 (天然精油中规定量除外)	8-methoxypsoralen(methoxsalen)except for normal content in the natural essences used
81	甲氨嘌呤	methotrexate* (N-[p-[(2,4-diamino-6-pteridylmethyl)methylamino]benzoyl]-L-(+)-glutamic acid)
82	甲苯胺类及其同分异构体、盐类以及卤化和磺化衍生物	toluidines, their isomers, salts and halogenated and sulphonated derivatives
83	甲苯磺丁脲	tolbutamide* (1-butyl-3-(p-toluenesulfonyl)urea; i-butyl-3-tosylurea)

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
84	甲乙哌酮及其盐类	methypylon* (3,3-diethyl-5-methyl-2,4-piperidinedione) and its salts
85	甲硫咪唑	thiamazole* (1-methyl-2-imidazolethiol)
86	甲丙氨酯	meprobamate* (2-methyl-2-propyl-1,3-propanediol dicarbamate)
87	4-甲基-间-苯二胺及其盐类	4-methyl-m-phenylenediamine and its salts
88	2-(4-甲氧苄基-N-(2-吡啶基)氨基)乙基二甲胺马来酸盐	2-(4-methoxybenzyl-N-(2-pyridyl) amino) ethyldimethylamine maleate
89	甲胺苯丙酮及其盐类	metamfepramone* (2-dimethylaminopropiophenone) and its salts
90	甘露氮芥及其盐类	mannomustine* (1,6-bis(2-chloroethylamino)-1,6-dideoxy-D-mannitol) and its salts
91	卡溴脲	carbromal* (1-(2-bromo-2-ethylbutyryl) urea)
92	卡普托胺	captodiamine* (2-(p-butymercaptobenzhydrylmercapto)-N, N-dimethylethylamine)
93	卡拉米芬及其盐类	caramiphen* (2-diethylaminoethyl ester of 1-phenylcyclopentanecarboxylic acid) and its salts
94	卡立普多	carisoprodol* (2-carbamylloxymethyl-2-isopropylcarbamylloxymethylpentane)
95	四氯乙烯	tetrachloroethylene
96	四氯化碳	carbon tetrachloride
97	四乙溴铵	tetrylammonium bromide* (tetraethylammonium bromide)
98	四氯 N-水杨酰苯胺	tetrachlorosalicylanilides
99	四溴 N-水杨酰苯胺	tetrabromosalicylanilides
100	四磷酸六乙基酯	hexaethyl tetraphosphate
101	布坦卡因 (丁苯胺卡因) 及其盐类	butanilcaine* (2-butylamino-6'-chloro-o-acetotoluidide) and its salts
102	布托哌啶及其盐类	butopiprine* (2-butoxyethyl α -phenyl-1-piperidineacetate) and its salts
103	右美沙芬及其盐类	dextromethorphan* ((+)-3-methoxy-N-methylmorphinan) and its salts
104	右丙氧吩	dextropropoxyphene* (α -(+)-4-dimethylamino-3-methyl-1,2-diphenyl-2-butanol propionate ester)
105	对中枢神经系统起作用的拟交感胺类	sympathomimetic amines acting on the central nervous system
106	对乙氧卡因及其盐类	parethoxycaine* (2-diethylaminoethyl ester of pethoxybenzoic acid) and its salts
107	对硫磷 (硝苯硫磷酯、拍拉息昂)	O,O'-diethyl O-(4-nitrophenyl)phosphorothioate (parathion-ISO)
108	丙戊酰脲	allylisopropylacetylurea ((2-isopropylpent-4-enoyl) urea; apronalid; apronal)
109	丙二腈	malononitrile
110	丙磺舒	probenecid* (p-(dipropylsulfamoyl)benzoic acid)

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
111	丙柏硝酸酯	propatyl nitrate* (2-ethyl-2-(hydroxymethyl)-1,3-propanediol trinitrate 1,1,1-tris(nitratomethylpropane)
112	加兰他敏	galantamine*(1,2,3,4,6,7,7a, 11c-octahydro-9-methoxy-2-methylbenzofuro-(4,3,2-e,f,g) (2) benzazocin-2-ol)
113	加拉碘铵	gallamine triethiodide* (1,2,3-tris(2-diethylaminoethoxy) benzene triethiodide)
114	孕激素	progestogens
115	白藜芦的根及草药制剂	veratrum album L. (roots and galenical preparations)
116	北美黄连碱和北美黄连次碱以及它们的盐类	hydrastine, hydrastinine and their salts
117	北美山梗菜及其草药制剂	lobelia inflata L. and its galenical preparations
118	石榴皮碱(异石榴皮碱)及其盐类	pelletierine (isopelletierine) and its salts
119	司巴丁(鹰爪豆碱、金雀花碱)及其盐类	sparteine and its salts
120	戊胺卡因	amydracaine (benzoate of 1-dimethylamino-2-(dimethylaminomethyl)-2-butanol) and its salts
121	戊四氯醛	petrichloral* (1,1',1'',1'''-(neopentametetryl-tetraoxy) tetrakis(2,2,2-trichloroethanol))
122	(白)海葱及其草药制剂	urginea scilla stern. and its galenical preparations
123	去甲肾上腺素及其盐类	noradrenaline (norepinephrine) and its salts
124	龙葵及其草药制剂	solanum nigrum L. and its galenical preparations
125	曲帕拉醇	triparanol* (2-(p-chlorophenyl)-1-[p-(2-diethylaminoethoxy) phenyl-1-(p-tolyl)ethanol]
126	曲吡那敏	tripelennamine*(N-benzyl-N',N'-dimethyl-N-(2-pyridyl) ethylenediamine)
127	吗啡及其盐类	morpholine (diethylene imidoxide) and its salts
128	异艾氏剂	(1R,4S,5R,8S)-1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-dimethanonaphthalene (isodrin-ISO)
129	异丙肾上腺素	isoprenaline* (3,4-dihydroxy-α-(isopropylaminomethyl)benzyl alcohol)
130	异庚胺及其同分异构体和盐类	tuaminoheptane* (2-aminoheptane; 2-heptylamine), its isomers and salts
131	异卡波肼	isocarboxazid* (1-benzyl-2-(6-methylisoxazol-3-ylcarbonyl)hydrazine)
132	异丙安替比林	propyphenzone*(4-isopropyl-2,3-dimethyl-1-phenyl-3-pyrazolin-5-one)
133	戊诺酰胺	valnoctamide* (2-ethyl-3-methylvaleramide)
134	异美丁及其盐类	isometheptene* (6-methyl-2-methylaminohept-5-ene) and its salts
135	异狄氏剂	(1R,4S,5R,8S)-1,2,3,4,10,10-hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4:5,8-dimethanonaphthalene (endrin-ISO)

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
136	吐根 (根、粉末及草药制剂)	ipecacuanha (cephaelis ipecacuanha brot. and related species)(roots, powder and galenical preparations)
137	吐根酚碱及其盐类	cophaeline and its salts
138	吐根碱 (依米丁、土根素), 及其盐类和衍生物	emetine its salts and derivatives
139	那可丁及其盐类	noscapine* ((-)-1-(6,7-dimethoxy-3-phthalidyl)-8-methoxy-2-methyl-6,7-methylenedioxy-1,2,3,4-tetrahydroisoquinoline) and its salts
140	合成箭毒类	synthetic curarizants
141	亚硝酸戊酯类	amyl nitrites
142	肉桂酸-3-二乙氨基丙酯	3-diethylaminopropyl cinnamate
143	夹竹桃甙 (奥多诺甙)	odoroside
144	多西拉敏及其盐类	doxylamine* (2-[α -(2-dimethylaminoethoxy)- α -methylbenzyl]pyridine; histadoxylamine) and its salts
145	地美戊胺及其盐类	dimevamide* (4-dimethylamino-2,2-diphenylvaleramide) and its salts
146	地芬诺酯	diphenoxylate* (ethyl ester of 1-(3-cyano-3,3-diphenylpropyl)-4-phenylisonipecotic acid)
147	地阿诺酯谷酸盐	deanol aceglumate* (dimethylaminoethyl hydrogen N-acetylglutamate)
148	托硼生	tolboxane* (5-methyl-5-propyl-2-p-tolyl-1,3,2-dioxaborinane)
149	过氧化氢酶	catalase
150	华法林及其盐类	warfarin* and its salts (3-(α -acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin)
151	西药毒药品 (凡是中华人民共和国药政法规规定管制的医疗用西药毒药品品种)	toxic pharmaceuticals (toxic pharmaceuticals used for therapeutic purposes controlled by the Drug Administration Law of the People's Republic of China)
152	羊角拗质素及其糖苷配基以及相应的衍生物	strophanthines, their aglucones and their respective derivatives
153	羊角拗及其草药制剂	strophantus and their galenical preparations
154	辛可芬及其盐类, 衍生物以及衍生物的盐类	cinchophen* (2-phenylcinchoninic acid) its salts, derivatives and salts of these derivatives
155	辛可卡因及其盐类	cinchocaine* (2-butoxy-N-(2-diethylaminocethyl) cinchoninamide) and its salts
156	辛戊胺	octamylamine* (2-isoamylamino-6-methylheptane) and its salts
157	辛肼	octamoxin* (1-(1-methylheptyl)-hydrazine) and its salts
158	阿洛拉胺及其盐类	alloclamide* and its salts (2-allyloxy-4-choro-N-(2-diethylaminoethyl) benzamide)

续表 2

序号	中文名称	英文名称
159	阿扑吗啡及其盐类	apomorphine (R 5,6,6 a,7-tetrahydro-6-methyl-4 H-dibenzo(de,g)-quinoline-10,11-diol) and its salts
160	阿托品及其盐类和衍生物	atropine, its salts and derivatives
161	阿米替林及其盐类	amitriptyline* (5-(3-dimethylaminopropylidene)-10,11-dihydro-5 H-dibenzo-(a, d)cycloheptene) and its salts
162	阿扎环醇及其盐类	azacyclonol* (α , α -diphenyl- α -piperid-4-ylmethanol) and its salts
163	阿密及其草药制剂	ammi majus and its galenical preparations
164	阿米卡因及其盐类	amylocaine (1-dimethylaminomethyl-1-methylpropyl benzoate) and its salts
165	阿扎溴铵	azamethonium bromide (N,N'-[(methylimino)diethylene] bis(ethyl dimethylamonium)bromide
166	麦角二乙胺及其盐类	lysergide* (N, N-diethyllysergamide; lysergic acid diethylamide) and its salts
167	麦角菌及其生物碱和草药制剂	claviceps purpurea Tul., its alkaloids and galenical preparations
168	汞和汞化合物 (表 4 化妆品组分中限用防腐剂中的汞化合物除外)	mercury and its compounds with the exception of those given in annex 4
169	芬那露	chlormezanone* (2-(p-chlorophenyl)tetrahydro-3-methyl-4 H-1,3-thiazine-4-one 1,1-dioxide)
170	苯氧噻嗪及其衍生物	bendroflumethiazide* (3-benzyl-3,4-dihydro-6-trifluoromethyl-2 H-1,2,4-benzothiadiazine-7-sulfonamide 1,1-dioxide and its derivatives
171	抗菌素类	antibiotics
172	呋喃妥因	nitrofurantoin*(1-(5-nitro-2-furfurylideneamino)-hydantoin)
173	呋喃唑酮	furazolidone* (3-(5-nitro-2-furfurylideneamino)-2-oxazolidinone)
174	沙立度胺及其盐类	thalidomide* (N-(2,6-dioxopiperid-3-yl)phthalimide) and its salts
175	吩噻嗪	phenothiazine* (dibenzoparathiazine; thiodiphenylamine)
176	邻苯二胺及其盐类	o-phenylenediamine and its salts
177	库美他罗	coumetarol (3,3'-(2-methoxyethylidene) bis (4-hydroxycoumarin))
178	苯胺及其盐类以及卤化、磺化的衍生物类	aniline, its salts and its halogenated and sulphonated derivatives
179	苯	benzene
180	苯并咪唑-2 (3 H)-酮	benzimidazol-2(3 H)-one
181	苯磺酸钴	cobalt benzenesulphonate
182	苯扎托品及其盐类	benzatropine* (tropine benzhydryl ether; 3-(diphenylmethoxy) tropane)
183	苯甲吗啡及其衍生物和盐类	phenmetrazine* (3-methyl-2-phenylmorpheline) its derivatives and salts

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
184	苯乙酰脲	phenacetamide*(1-(2-phenylacetyl)uracil)
185	苯茛二酮	phenindione*(2-phenylindan-1,3-dione)
186	苯丁酰脲	ethylphenacetamide*(1-(2-phenylbutyryl) urea)
187	苯丙香豆醇	phenprocoumon*(4-hydroxy-3-(1-phenylpropyl) coumarin)
188	苯环丙胺及其盐	translcypropamine*(DL-trans-2-phenylcyclopropylamine) and its salts
189	苯海拉明及其盐类	diphenhydramine*(2-diphenylmethoxy-N,N-dimethylamino; dimedrol) and its salts
190	4-苯基丁-3-烯-2-酮	4-phenylbut-3-en-2-one
191	苯丙氨酸	phenprobamate*(3-phenylpropyl carbamate)
192	苯扎明(优卡因 B)及其盐类	benzamine (eucaine B; benzoate of 2,2,6-trimethyl-4-piperidinol) and its salts
193	苯咯溴铵	benzilonium bromide*(1,1-diethyl-3-hydroxypyrrolidinium bromide benzilate)
194	非那二醇	phenaglycodol*(2-(p-chlorophenyl)-3-methyl-2,3-butanediol)
195	非诺唑酮	fenzolone*(2-ethylamino-5-phenyl-2-oxazolin-4-one)
196	非尼拉朵	fenyramidol*(α -(2-pyridylaminomethyl)benzyl alcohol)
197	育亨宾及其盐类	yohimbine(16 α -carbomethoxy-yohimban-17 α -ol; me ester of yohimboic acid) and its salts
198	4-叔丁基苯酚	4-tert-butylphenol
199	4-叔丁基邻苯二酚	4-tert-butylpyrocatechol
200	金盐类	gold salts
201	放射性物质	radioactive substances
202	苦味酸(2,4,6-三硝基苯酚)	picric acid (2,4,6-trinitrophenol)
203	铈和铈盐类	neodymium and its salts
204	肼和肼的衍生物以及它们的盐类	hydrazine, its derivatives and their salts
205	帕拉米松	paramethasone*(6 α -fluoro-16 α -methylpregna-1,4-diene-11 β ,17,21-triol-3,20-dione)
206	依索庚嗪及其盐类	ethoheptazine*(4-carbethoxy-1-methyl-4-phenylhexamethylenimine) and its salts
207	环美酚及其盐类	cyclomenol*(2-cyclohexyl-3,5-xyleneol; 2-cyclohexyl-3,5-dimethylphenol) and its salts
208	环磷酰胺及其盐类	cyclophosphamide*(2-[bis(2-chloroethyl)amino] tetrahydro-2 H-1,3,2-oxazaphosphorine 2-oxide) and its salts
209	环拉氨基酯	cyclarbamate*(1,1-bis (phenylcarbamoyloxymethyl) cyclopentane)
210	环香豆素	cyclocoumarol (3,4-dihydro-2-methoxy-2-methyl-4-phenyl-2 H, 5 H, pyrano (3,2-c)-(1)benzopyran-5-one)

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
211	肾上腺素	epinephrine* (3,4-dihydroxy- α -methylaminomethylbenzyl alcohol; adrenaline)
212	炔醇类以及它们的酯类、醚类	alkyne alcohols, their esters and ethers
213	唑啉的硝基衍生物	nitroderivatives of carbazole
214	具有雄激素效应的物质	substances with androgenic effect
215	侧金盏花及其制剂	adonis L. and its preparations
216	欧前胡内酯	imperatorin (9-(3-methylbut-2-enyloxy) furo (3,2-g) chromen-7-one)
217	欧乌头属 (叶子、根和草药制剂)	aconitum napellus L. (leaves, roots and galenical preparations)
218	欧夹竹桃甙	oleandrin
219	季戊四醇四硝酸酯	pentaerythrityl tetranitrate* (pentaerythritol tetranitrate)
220	泊尔定甲硫酸盐	poldine metilsulfate* (2-benzilyloxymethyl-1,1-dimethylpyrrolidinium methosulfate)
221	美加明 (3-甲基异莰烷)	mecamylamine* (3-methylaminoisobornane)
222	美庚嗪及其盐类	metheptazine* (4-carbomethoxy-1,2-dimethyl-4-phenylhexamethylenimine) and its salts
223	美索庚嗪及其盐类	metethoheptazine* (4-ethoxycarbonyl-1,3-dimethyl-4-phenylhexamethylenimine and its salts)
224	美沙吡林及其盐类	methapyrilene* (N, N-dimethyl-N'-(2-pyridyl)-N'-(2-thenyl) ethylenediamine) and its salts
225	美非氯嗪及其盐类	mefecloazine* (1-(o-chlorophenyl)-4-(3,4-dimethoxyphenethyl)piperazine) and its salts
226	美索巴莫	methocarbamol* (3-(o-methoxyphenoxy)-1,2-propanediol 1-carbamate)
227	美替拉酮	metryrapone* (2-methyl-1,2-dipyrid-3-yl-1-propanone)
228	美芬辛及其酯类	mephenesin* (o-cresyl glyceryl ether; 3-(o-methylphenoxy)-1,2-propanediol) and its esters
229	秋水仙碱 (秋水仙素) 及其盐类和衍生物	colchicine, its salts and derivatives
230	秋水仙糖甙及其衍生物	colchicoside and its derivatives
231	秋水仙及其草药制剂	colchicum autumnale L. and its galenical preparations
232	胆碱盐类及它们的酯类, 例如氯化胆碱	choline salts and their esters, e.g. choline chloride* ((2-hydroxyethyl)-trimethylammonium chloride)
233	哌醋甲酯及其盐类	methylphenidate* (methyl α -phenyl-2-piperid-2-ylacetate) and its salts
234	哌苯甲醇及其盐类	pipradrol* (α -piperid-2-ylbenzhydrol) and its salts
235	氟哌啶醇	haloperidol* (4-[4-(p-chlorophenyl)-4-hydroxypiperidino]-4'-fluorobutyrophenone)
236	氟阿尼酮	fluanisone* (4'-fluoro-4-[4-(o-methoxyphenyl)piperazin-1-yl] butyrophenone)

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
237	氟苯乙砜	fluoresone* (ethyl <i>p</i> -fluorophenyl sulfone)
238	氟尿嘧啶	fluorouracil* (5-fluorouracil)
239	癸亚甲基双(三甲铵)盐类。例如: 十羟溴铵	decamethylenebis (trimethylammonium) salts, e. g. decamethonium bromide
240	氢氟酸及其正盐, 络合物以及氢氟化物(表3化妆品组分中限用物质表中的氟化合物除外)	hydrofluoric acid, its normal salts, its complexes and hydrofluorid with the exception those given in annex 3
241	洛贝林(山梗菜碱)及其盐类	lobeline*(2-(β hydroxyphenethyl)-1-methyl-6-phenacylpiperidine) and its salts
242	毒芹碱	coniine
243	毒芹	cicuta virosa L.
244	毒参(果实、粉末和草药制剂)	conium maculatum L.(fruit, powder, galenical preparations)
245	毒扁豆碱(依色林)及其盐类	eserine or physostigmine and its salts
246	毒扁豆	physostigma venenosum balf
247	毒性中药(凡是中华人民共和国药政法规定管制的毒性中药品种及其制剂和毒性成分提取物。表3化妆品组分中限用物质表内用于头发用品的斑蝥酞除外)	toxic traditional chinese medicines (toxic traditional chinese medicines controlled by the drug administration law of the People's Republic of China, with the exception of cantharides tincture listed in annex 3
248	除虫菊及其草药制剂	pyrethrum album L. and its galenical preparations
249	疫苗、毒素或血清	vaccines toxins or serums
250	胍乙啶及其盐类	guanethidine* (1-[2-(1-azacyclooctyl) ethyl] guanidine) and its salts
251	骨化醇和胆骨化醇(维生素D ₂ 和D ₃)	ergocalciferol* and cholecalciferol (vitamins D ₂ and D ₃)
252	钡盐类(除硫酸钡, 表3中的硫化钡及表6中着色剂的不溶性钡盐, 色淀和颜料外)	barium salts, with the exception of barium sulphate, barium sulphide under the conditions laid down in annex 3, and lakes, salts and pigments prepared from the colouring agents listed with the reference in annex 6
253	洋地黄甙和紫花毛地黄的各种异甙类	digitaline and all heterosides of digitalis purpurea L.
254	保泰松	phenylbutazone* (4-butyl-2,2-diphenyl-3,5-pyrazolidinedione)
255	氨基己酸及其盐类	aminocaproic acid* (6-aminohexanoic acid) and its salts
256	2-氨基-1, 2-双(4-甲氧苯基)乙醇及其盐类	2-amino-1,2-bis (4-methoxyphenyl) ethanol and its salts
257	4-氨基水杨酸及其盐类	4-aminosalicylic acid and its salts
258	N-(3-羧甲酰基-3, 3-二苯丙基)-N,N-二异丙基甲基铵盐类。例如: 碘异丙米特	N-(3-carbamoyl-3,3-diphenylpropyl)-N, N-diisopropylmethylammonium salts, e.g. isopropamide iodide*

续表 2

序号	中文名称	英文名称
259	氨苯喋啶(三氮喋呤)及其盐类	triamterene* (2,4,7-triamino-6-phenylpteridine) and its salts
260	氨磺丁脲	carbutamide* (<i>N</i> ¹ -(butylcarbamoyl) sulfanilamide; 1-butyl-3-sulfanilylurea)
261	铃兰毒甙	convallatoxin
262	格列环脲	glycyclamide* (1-cyclohexyl-3-(<i>p</i> -toluenesulfonyl) urea)
263	格鲁米特及其盐类	glutethimide* (2-ethyl-2-phenylglutarimide) and its salts
264	泰尔登(氯丙硫蒽)及其盐类	chlorprothixene* (trans isomer of 3-(2-chlorothioxanthene-9-ylidene)- <i>N</i> , <i>N</i> -dimethylpropylamine; taractan) and its salts
265	砷及砷化合物	arsenic and its compounds
266	盐酸柠檬酸柯衣定盐	4-phenylazophenylene-1, 3-diamine citrate hydrochloride (chrysoicene citrate hydrochloride)
267	莫诺苯宗	monobenzene* (monobenzyl ether of hydroquinone; <i>p</i> -benzyloxyphenol)
268	莫非保松	mofebutazone* (4-butyl-1-phenyl-3,5-pyrazolidinedione)
269	铅和铅化合物(表6化妆品用着色剂中用于染发剂的醋酸铅除外)	lead and its compounds, with the exception of lead acetate listed in annex 6
270	铍及铍化合物	beryllium and its compounds
271	铊和铊的化合物	thallium and its compounds
272	氧化乙烯	ethylene oxide
273	烟碱(尼古丁)及其盐类	nicotine (3-(1-methyl-2-pyrrolidyl)pyridine) and its salts
274	羟嗪	hydroxyzine* (2-[2-[4-(<i>p</i> -chloro α phenylbenzyl)-1-piperazinyl] ethoxy] ethanol
275	(4-(4-羟基-3-碘苯氧基)-3,5-二碘苯基)乙酸及其盐类	(4-(4-hydroxy-3-iodophenoxy)-3,5-diodophenyl) acetic acid and its salts
276	3-羟基-4-苯基苯甲酸-2-二乙氨基酯及其盐类	2-diethylaminoethyl 3-hydroxy-4-phenylbenzoate and its salts
277	羟苻利定及其盐类	oxpheneridine* (ethyl ester of 1-(β -hydroxyphenethyl)-4-phenylpiperidine-4-carboxylic acid) and its salts
278	4-羟基-3-甲氧基肉桂醇的苯甲酸酯(天然精油中的规定含量除外)	benzoates of 4-hydroxy-3-methoxycinnamyl alcohol except for normal content in natural essence used
279	萝芙木生物碱类及其盐类	rauwolfia serpentina alkaloids and their salts
280	烯丙基芥子油(异硫氰酸烯丙酯)	allyl isothiocyanate
281	烯丙吗啡及其盐类和醚类	nalorphine* (<i>N</i> -allylnormorphine; <i>N</i> -allyl- <i>N</i> -desmethylnormorphine), its salts and ethers
282	2-(4-烯丙基-2-甲氧苯氧基)- <i>N</i> , <i>N</i> -二乙基乙酰胺及其盐类	2-(4-allyl-2-methoxyphenoxy)- <i>N</i> , <i>N</i> -diethylacetamide and its salts

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
283	硒和硒化合物 (表3化妆品组中限用物质表中用于头发制品的二硫化硒除外)	selenium and its compounds, with the exception of selenium disulphide listed in annex 3
284	铬、铬酸及其盐类	chromium; chromic acid and its salts
285	麻黄碱及其盐类	ephedrine and its salts
286	麻醉药类 (凡是中华人民共和国药政法规定管制的麻醉药品品种)	narcotics (narcotics controlled by the Drug Administration Law of the People's Republic of China)
287	酚二唑	fenadiazole*(<i>o</i> -(1,3,4-oxadiazol-2-yl)phenol)
288	O-烷基二硫代碳酸的盐类	salts of O alkyl dithiocarbonic acids
289	2-萘酚	2-naphthol
290	1-萘胺和2-萘胺及它们的盐类	1-and 2-naphthylamines and their salts
291	3-(1-萘基)-4-羟基香豆素	3-(1-naphthyl)-4-hydroxycoumarin
292	萘唑啉及其盐类	naphazoline*(2-(1-naphthylmethyl)-2-imidazoline) and its salts
293	曼陀罗及其草药制剂	datura stramonium L. and its galenical preparations
294	黄花夹竹桃武提取物	thevetia nerifolia juss. glycoside extract
295	黄樟素 (黄樟脑)	safrole
296	N-5-氯苯噁唑-2-基乙酰胺	N-5-chlorobenzoxazol-2-ylacetamide
297	氯苯唑胺	zoxazolamine*(2-amino-5-chlorobenzoxazole)
298	氯	chlorine
299	氯磺丙脲	chlorpropamide*(1-(<i>p</i> -chlorophenylsulfonyl)-3-propylurea)
300	氯唑沙宗	chlorzoxazone*(5-chloro-2-benzoxazolinone)
301	2-氯-6-甲基嘧啶-4-基二甲基胺	2-chloro-6-methylpyrimidin-4-yl dimethylamine (crimidine-ISO)
302	氯非那胺	clofenamide*(4-chloro-1,3-benzenedisulfonamide)
303	氯苯沙明	chlorphenoxamine*(2-[1-(<i>p</i> -chlorophenyl)-1-phenylethoxy]-N, N-dimethylethylamine)
304	氯乙烷	chloroethane
305	氯乙烯	vinyl chloride monomer
306	氯噻酮	chlortalidone*(2-chloro-5-(1-hydroxy-3-oxo-1-isoindolinyl) benzenesulfonamide)
307	氯酚酮	2-(2-(4-chlorophenyl)-2-phenylacetyl) indan-1,3-dione (chlorophacinone-ISO)
308	斑蝥 (表3化妆品组中限用物质表所列仅用于头发用品的斑蝥酐除外)	cantharides, cantharis vesicatoria, mylabris, mylabris phalerata pallas and mylabris cichorii linnaeus, with the exception of cantharides tincture listed in annex 3
309	斑蝥素 (表3化妆品组中限用物质表所列仅用于头发用品的斑蝥酐中所含斑蝥素除外)	(1R, 2S)-hexahydro-1,2-dimethyl-3,6-epoxyphthalic anhydride (cantharidin), with the exception of cantharides tincture listed in annex 3
310	替法唑啉及其盐类	tefazoline*(2-(5,6,7,8-tetrahydronaphth-1-ylmethyl) 2-imidazoline) and its salts

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
311	奥沙那胺及其衍生物	oxanamide*(2,3-epoxy-2-ethylhexanamide) and its derivatives
312	联苯胺(4,4'-二氨基联苯)	benzidine(4,4'-diaminobiphenyl)
313	锑及锑化合物	antimony and its compounds
314	普鲁卡因胺及其盐类和衍生物	procainamide*(<i>p</i> -amino- <i>N</i> -(2-diethylaminoethyl) benzamide) its salts and derivatives
315	氯芥及其盐类	chlormethine*(2,2'-dichloro- <i>N</i> -methyldiethylamine; bis (2-chloroethyl) methylamine) and its salts
316	氰化氢及其盐类	hydrogen cyanide and its salts
317	硝基苯	nitrobenzene
318	硝酸异山梨酯	isosorbide dinitrate*(1,4:3,6-dianhydrosorbitol 2,5-dinitrate)
319	硝基喹啉	nitroxoline*(5-nitro-8-quinolinol) and its salts
320	硝基均二苯代乙烯 (硝基 1,2-二苯乙烯) 类, 它们的同系物和衍生物	nitrostilbenes, their homologues and their derivatives
321	硝基甲酚类及其碱金属盐	nitrocresols and their alkali metal salts
322	硫氧唑酮	sulfinyprazole*(1,2-diphenyl-4-(2-phenylsulfinylethyl) -3,5-pyrazolidinedione)
323	硫脲	thiourea
324	焦磷酸四乙酯	tetraethyl pyrophosphate; TEPP(ISO)
325	硫氢酚	bithionol*(2,2'-thiobis(4,6-dichlorophenol))
326	舒喘唑	sultiam*(sulthiane; (2-(<i>p</i> -sulfamoylphenyl) tetrahydro-1, 2-thiazine 1,1-dioxide))
327	蒽油	anthracene oil
328	溴(元素状态)	bromine, elemental
329	溴苯铵托西酸盐	bretylium tosylate*((<i>o</i> -bromobenzyl) ethyldimethylammonium <i>p</i> -toluenesulfonate)
330	溴苯那敏及其盐类	brompheniramine*(3-(<i>p</i> -bromophenyl)- <i>N</i> , <i>N</i> -dimethyl-3-pyrid-2-ylpropylamine) and its salts
331	溴米索伐	bromisoval*(1-(2-bromo-3-methylbutyryl)urea)
332	塞兰姆	thiram (tetramethylthiuram disulfide; bis-(dimethylthiocarbamoyl) disulfide; TMTD; TMTDS)
333	肼腈类及其盐类	hydrazides and their salts
334	碘	iodine
335	愈创甘油醚	guaifenesin*(3-(<i>o</i> -methoxyphenoxy)-1, 2-propanediol; glyceryl guaiacolate)
336	新斯的明及其盐类, 例如溴化新斯的明	neostigmine and its salts (e.g. neostigmine bromide*)
337	新疆圆柏的叶子, 精油及其草药制剂	juniperus sabina L. (leaves, essential oil and galenical preparations)
338	滴滴涕	clofenotane* DDT (ISO)
339	赛洛西宾	psilocybine*(3-(2-dimethylaminoethyl)indol-4-yl dihydrogen phosphate)

续表 2

序号	中 文 名 称	英 文 名 称
340	赛克利嗪及其盐类	cyclizine*(1-benzhydryl-4-methylpiperazine) and its salts
341	赛洛唑啉及其盐类	xylometazoline*(2-(4-tert-butyl-2,6-dimethylbenzyl)-2-imidazoline) and its salts
342	聚乙醛 (介乙醛)	metalddehyde
343	槟榔碱	arecoline (methyl 1,2,5,6-tetrahydro-1-methylnicotinate)
344	雌激素类	oestrogens
345	碲及碲化合物	tellurium and its compounds
346	精神药物 (凡是中华人民共和国药政法所规定管制的精神药物品种)	psychotropic drugs (psychotropic drugs controlled by the Drug Administration Law of the People's Republic of China)
347	镉和镉的化合物	cadmium and its compounds
348	箭毒和箭毒碱	curare and curarine
349	醋硝香豆醇	acencoumarol*(3-[2-acetyl-1-(p-nitrophenyl)ethyl]-4-hydroxycoumarin)
350	磺胺类药物 (磺胺和其氨基的一个或多个氢原子被取代的衍生物) 及其盐类	sulphonamides(sulphanilamide and its derivatives obtained by substitution of one or more H-atoms of the NH ₂ groups) and their salts
351	颠茄及其制剂	atropa belladonna L. and its preparations
352	糖皮质激素类	glucocorticoids
353	噻膦派	thiotepa*(tris(1-aziridinyl) phosphine sulfide)
354	螺内酯 (安体舒通)	spironolactone*(17-hydroxy-7-mercapto-3-oxo-17 α -pregn-4-eno-21-carboxylic acid r-tactone 7-acetate)
355	糠基三甲基铵盐类, 例如: 呋索碘铵	furfuryltrimethylammonium salts, e.g. furtrethonium iodide*
356	藜芦碱及其盐类	veratrine, and its salts
357	磷酸三甲酚酯	tritolyt phosphate
358	磷及金属磷化物	phosphorus and metal phosphides
359	磷酸二乙基-4-硝基苯基酯	diethyl 4-nitrophenyl phosphate

表 3 化妆品组分中限用物质

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许 浓度, %	允许使用范围及 限制条件	标签上必要说明
1	二氯甲烷	dichloromethane	35 (当与 1,1,1-三氯 乙烷混合, 总浓度不 超过 35%)	最大杂质含量为 0.2%	
2	二氨基酚	diaminophenols	10 (以游离基计)	用于染发的氧化着色 剂 1. 一般使用 2. 专业使用	1. 含有“二氨基酚”; 不可染睫毛或眉毛; 会引起过敏反应, 使 用前应作适当的过敏 试验 2. 含有“二氨基酚”; 会引起过敏反应, 使 用前应作适当的过敏 试验
3	双氯酚	dichlorophen (INN) (2, 2'- methylenebis (4- chlorophenol)	0.5	可作防腐剂使用	含有“双氯酚”
4	二硫化硒	selenium disulphide	0.5	用作香波中的去头屑 剂	含有“二硫化硒”使 用后冲洗掉, 避免与 眼睛接触
5	二羟基丙酮	dihydroxyacetone	5	用于除口腔用品外的 产品中	
6	二氟化 3-(N- 十六烷基-N- 2-羟乙基胺) 丙基双 (2-羟 乙基) 铵	3-(N-hexadecyl- N-2-hydroxye- thylammonio) propylbis (2- hydroxyethyl) ammonium difluoride	0.15(F) 当与其他氟 化物混合时, 本附件 允许的总氟浓度不超 过 0.15%	用于口腔卫生用品	含有“二氟化 3-(N- 十六烷基-N-2-羟乙 基胺) 丙基双 (2-羟 乙基) 铵”
7	二氢氟酸 NN', N'-三 (聚氧乙烯)- N-十六烷基 丙邻二胺	NN', N'-tris (polyoxyethylene) -N-hexadecylp- ropylenediamine dihydrofluoride	0.15 (F) 当与其他 氟化物混合时, 本附 件允许的总氟浓度不 超过 0.15%	用于口腔卫生用品	含有“二氢氟酸 NN' N'-三 (聚氧乙烯) -N-十六烷基丙邻二 胺”
8	三溴沙伦 (3, 4',5-三溴水 杨酰替苯胺)	tribromsalan (3, 4',5-tribromosa- licylanilide)	1	用于肥皂类产品, 纯 度标准: 3,4,5-三溴 化水杨酰替苯胺最低含 量 98.5%, 其他溴化 水杨酰替苯胺最高含量 1.5%, 4,5-二溴化水 杨酰替苯胺最高含量 0.1%, 无机溴化物 (以 NaBr 计) 最高 含量 0.1%	含有“三溴水杨酰替 苯胺”

续表 3

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	允许使用范围及限制条件	标签上必要说明
9	丁基羟基苯甲醚(BHA)	butylated hydroxyanisole	0.15		
10	丁基羟基甲苯(BHT)	butylated hydroxytoluene	0.15		
11	1,1,1-三氯乙烷(甲基氯仿)	1,1,1-trichloroethane (methyl-chloroform)	35 (与二氯乙烷混合时总浓度不超过35%)	用作气溶胶分散剂	不可在任何明火和白炽物上喷洒
12	水溶性锌盐(对-羟基苯磺酸锌和吡啶硫酮锌除外)	water-soluble zinc salts with the exception of zinc 4-hydroxy benzenesulphonate and zinc pyrithione	1 (以 Zn 计)		
13	1,3-双(羟甲基)咪唑亚基-2-硫酮	1,3-bis(hydroxymethyl)imidazolidene-2-thione	2	气溶胶喷洒产品禁用, 用于护发制品中	
14	甲基苯二胺和它的N位取代衍生物及其盐类(不包括: 对-甲基-间-苯二胺及其盐类)	methylphenylenediamines, their N-substituted derivatives and their salts with the exception of 4-methyl-m-phenylenediamine and its salts	10 (以游离基计)	染发用的氧化着色剂 1. 一般使用 2. 专业使用	1. 含有“苯二胺”, 不可以染睫毛和眉毛; 会引起过敏反应, 使用前应作适当的过敏试验 2. 含有“苯二胺”; 会引起过敏反应, 使用前应作过敏试验
15	氯胺 T	tosylchloramide sodium(*) (sodium derivative of N-chloro-p-toluenesulfonamide trihydrate)	0.2		
16	6-甲基香豆素	6-methylcoumarin	0.003	用于口腔产品	
17	甲醇	methanol	0.2		
18	过氧化氢	hydrogen peroxide	12 (以过氧化氢计) (40 volume)	用于美发产品	含有“过氧化氢”, 避免与眼部接触, 如果接触进入眼内应立即冲洗

续表 3

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	允许使用范围及限制条件	标签上必要说明
19	亚硝酸钠	sodium nitrite	0.2	用作抑制剂, 不能与形成亚硝酸胺的仲胺和叔胺物质合用	
20	间, 对-苯二胺类和它们 N-取代衍生物及其盐; 邻苯二胺类的 N 位取代衍生物	m-, p-phenylenediamines, their N-substituted derivatives and their salts; N-substituted derivatives of o-phenylenediamines	6(以游离基计)	用于染发着色剂 1. 一般使用 2. 专业使用	1. 含有“苯二胺”, 不可染睫毛和眉毛, 使用前作过敏试验 2. 含有“苯二胺”, 使用前作过敏试验
21	没食子酸丙酯	propyl gallate	0.10		
22	间苯二酚	resorcinol	5	染发用的氧化着色剂 1. 一般使用 2. 专业使用	1. 含有“间苯二酚”, 使用后把头发洗净; 不能染睫毛和眉毛; 与眼睛接触后立即冲洗 2. 仅用于专业染发; 含有“间苯二酚”, 与眼睛接触后立即冲洗
			0.5	用于发露和香波中	含有“间苯二酚”
23	1,2,3-苯三酚(焦酚)	pyrogallol	5	染发用的氧化着色剂 1. 一般使用 2. 专业使用	1. 含有“1,2,3-苯三酚”, 不能染睫毛和眉毛; 与眼睛接触后立即冲洗 2. 仅用于专业染发; 含有“1,2,3-苯三酚”, 与眼睛接触后立即冲洗
24	苯甲醇	benzyl alcohol		用作溶剂, 香料	
25	单氟磷酸铵	ammonium monofluorophosphate	0.15(F) 当与其他氟化物混合时, 本附件允许总氟浓度不超过 0.15%	用于口腔卫生产品	含有“单氟磷酸铵”
26	单氟磷酸钠	sodium monofluorophosphate	同 25	同 25	含有“单氟磷酸钠”
27	单氟磷酸钾	potassium monofluorophosphate	同 25	同 25	含有“单氟磷酸钾”
28	单氟磷酸钙	calcium monofluorophosphate	同 25	同 25	含有“单氟磷酸钙”

续表 3

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许 浓度, %	允许使用范围及 限制条件	标签上必要说明
29	氟化钙	calcium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化钙”
30	氟化钠	sodium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化钠”
31	氟化钾	potassium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化钾”
32	氟化铵	ammonium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化铵”
33	氟化铝	aluminium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化铝”
34	氟化亚锡	stannous fluoride	同 25	同 25	含有“氟化亚锡”
35	氟化十六烷基 铵	hexadecyl ammo- nium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化十六烷基 铵”
36	氟化十八烷基 铵	octadecenyl- ammonium fluoride	同 25	同 25	含有“氟化十八烷基 铵”
37	氟硅酸钠	sodium fluorosilicate	同 25	同 25	含有“氟硅酸钠”
38	氟硅酸钾	potassium fluorosilicate	同 25	同 25	含有“氟硅酸钾”
39	氟硅酸铵	ammonium fluorosilicate	同 25	同 25	含有“氟硅酸铵”
40	氟硅酸镁	magnesium fluorosilicate	同 25	同 25	含有“氟硅酸镁”
41	草酸及其酯类 和碱性盐类	oxalic acid, its esters and alka- line salts	5	用于护发用品	仅用于专业
42	氢醌 (对苯二 酚)	hydroquinone	2	染发用的氧化着色剂 1. 一般使用 2. 专业使用	1. 含有“氢醌”;不能 染睫毛和眉毛, 如与 眼睛接触应立即冲 洗 2. 仅用于专业使用; 与眼睛接触后立即冲 洗

续表 3

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	允许使用范围及限制条件	标签上必要说明
43	氢氧化钾 (或钠)	potassium or sodium hydroxide	2	用于一般直发剂	含有“碱”, 能引起失明, 避免与眼睛接触; 放在孩子拿不到的地方
			4.5	用于专业直发剂	仅在专业上使用, 能引起失明, 避免与眼睛接触
			5	指甲 (护) 膜溶除剂	含有“碱”, 能引起失明, 避免与眼睛接触
			pH < 12.7	脱毛剂的 pH 调节剂	避免与眼睛接触, 放到孩子拿不到的地方
			pH < 11	一般 pH 调节剂	
44	奎宁及其盐类	quinine and its salts	0.2 (奎宁计)	用于发露	
			0.5 (奎宁计)	用于香波	
45	氨水	ammonia	6 (氨计)		含量大于 2% 时, 注明含有“氨”
46	α -萘酚	α -naphthol	0.5	用于染发着色剂	含有“ α -萘酚”
47	酚及其碱性盐类	phenol and its alkali salts	1 (酚计)	用于香波产品	含有“酚”
48	4-羟基苯磺酸锌	zinc 4-hydroxybenzene sulphate	6 (以无水物计)	用于除臭剂、抑制剂收敛性洗液	避免与眼睛接触
49	8-羟基喹啉和双 (8-羟基喹啉) 的硫酸盐	quinolin-8-ol and bis- (8-hydroxyquinolinium) sulphate	0.3	用于氧化物的稳定剂。日光浴后使用的化妆品和三岁以下儿童使用的爽身粉中禁用	三岁以下儿童禁用
50	巯基乙酸及盐类、酯类	thioglycollic acid, its salts and esters	2 (巯基乙酸计)	用于用后冲洗掉的护发产品	含有“巯基乙酸盐 (酯)”, 按说明使用
			5 (pH 12.7 时)	用于脱毛剂	
			8 (pH 9 时)	用于一般的直发和卷发产品	
			11 (pH 11 时)	用于专业使用的直发和卷发产品	仅用于专业产品, 按说明使用

续表 3

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	允许使用范围及限制条件	标签上必要说明
61	硝酸银	silver nitrate	4	唯一用于染睫、眉毛的产品	含有“硝酸银”, 进入眼内立即冲洗
62	硝基甲烷	nitromethane	0.3	用于防锈抑制剂	
63	斑蝥酊	cantharides tincture	1	用于生发用品	含有“斑蝥酊”, 不得进入眼内
54	硼酸	boric acid	0.5	用于口腔用品	三岁以下儿童禁用
			3	用于其他产品	
			5	爽身粉中使用, 但三岁以下儿童用品除外	
55	碱金属的氯酸盐类	chlorates of alkali metals	3	用于其他产品	
			5	用于牙膏产品	
56	碱金属的硫化物类	alkali sulphides	2(以硫计)pH: 12.7	用于脱毛剂	避免与眼睛接触; 放在儿童拿不到的地方
57	碱土金属的硫化物类	alkaline earth sulphides	6(以硫计)pH: 12.7	用于脱毛剂	同 56

表 4 化妆品组分中限用防腐剂

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
1	硫柳汞(乙基汞硫代水杨酸钠)	thiomersal (INN) (sodium ethyl-mercurithio-salicylate)	0.007 (采计)	仅用于眼部化妆品和眼部卸妆品	含有“乙基汞硫代水杨酸钠”
2	十一-10-碳烯酸: 盐类, 酯类, 酰胺, 单和双(2-羟乙基)酰胺和它们的磺基丁二酸盐类	undec-10-enoic acids: salts, esters, the amide, the mono- and bis-(2-hydroxyethyl) amides and their sulphosuccinates	0.2 (5%)		
3	1-十二烷基胍乙酸盐	1-dodecylguanidinium acetate	0.5	用于使用后清洗掉产品	
			0.1	用于其他化妆品	
4	6, 6-二溴-4, 4-二氯-2, 2'-亚甲基-二苯酚(溴氯双酚)	6, 6-dibromo-4, 4-dichloro-2, 2'-methylene-diphenol (bromochlorophen)	0.1		

续表 4

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
5	3,4-二氯苄醇	3, 4-dichlorobenzyl alcohol	0.15		
6	2,4-二氯苄醇	2, 4-dichlorobenzyl alcohol	0.15		
7	双氯酚	dichlorophen (INN)(2,2'-methylenebis(4-chlorophenol))	0.2		含有“双氯酚”
8	2,4-二氯-3, 5-二甲苯酚	2,4-dichloro-3,5-xenol	0.1		
9	6-乙酰氧基-2, 4-二甲基-m-二噁烷(二甲克生)	6-acetoxy-2,4-dimethyl-m-dioxane(dimethoxane)	0.2		
10	3,3'-二溴-4, 4'-六亚甲基-二氧代二苄胺(二溴六胺)和其盐类(包括羧基乙磺酸盐)	3,3'-dibromo-4,4'-hexamethylene dioxydibenzamidine (dibromohexamidine) and its salts (including isethionate)	0.1		
11	二溴丙胺及其盐类(包括羧基乙磺酸盐)	dibromopropamidine (INN) (4,4'-(trimethylenedioxy) bis (3-bromobenzamide)) and its salts (including isethionate)	0.1		
12	2,6-二乙酰基-1,2,3,9b-四氢-7,9-二羧-8,9b-二甲基二苯并呋喃-1,3-二酮(地衣酸)和其盐类(包括铜盐)	2,6-diacetyl-1,2,3,9b-tetrahydro-7,9-dihydroxy-8,9b-dimethyldibenzofuran-1,3-dione (usnic acid)and its salts (including the copper salt)	0.2		

续表 4

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
13	2, 2'-二硫代双(1-氧代吡啶)与三水合硫酸镁加成物	2,2'-dithiobis(pyridine 1-oxide), addition product with magnesium sulphate trihydrate	0.5		
14	1,2-二溴-2, 4-二氰丁烷	1,2-dibromo-2,4-dicyanobutane	0.1	不可用于防晒化妆品中	
15	4,4'-二甲基-1,3-噁唑烷	4,4'-dimethyl-1,3-oxazolidine	0.1	仅用于用后清洗掉产品中, 成品的 pH 不得低于 8	
16	山梨酸(六-2, 4-二烯酸)及其盐类	sorbic acid(hexa-2,4-dienoic acid) and its salts	0.6(酸计), 如以山梨酸酯类混合, 其最大浓度仍为 0.6(酸)		
17	山梨酸酯类	esters of sorbic acid(hexa-2, 4-dienoic acid)	同 16		
18	三氯卡班(3,4,4'-三氯均二苯脒)	triclocarban(INN)(3,4,4'-trichloro-carbanilide)	0.2		
19	N-(三氯甲基硫代)环己-4-烯-1,2-二羧基酰亚胺	N-(trichloromethylthio) cyclohex-4-ene-1,2-dicarboximide	0.5		
20	卤卡班(4,4'-二氯-3-(三氟甲基)均二苯脒)	halocarban(INN)(4,4'-dichloro-3-(trifluoromethyl)carbanilide)	0.3		
21	三氯生(2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯基醚)	triclosan(INN)(2,4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether)	0.3		
22	水杨酸及其盐类	salicylic acid and its salts	0.5(酸)	除香波外, 三岁以下儿童用品禁用	三岁以下儿童禁用
23	无机亚硫酸盐类和硫酸氢盐	inorganic sulphites and hydrogensulphites	0.2(SO ₂ 计)		

续表 4

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
24	六氯酚	hexachlorphen (INN) (2, 2'-methylene bis-(3, 4,6-trichloro-phenol)	0.1	禁止在三岁以下儿童用品和个人卫生用品中使用	含有“六氯酚”, 三岁以下儿童禁用
25	己脒定及其盐类 (包括羟乙磺酸盐和4-羟基苯甲酸盐)	hexamidine (INN) (4,4'-hexamethylenedioxydibenzamidine) and its salts (including isethionate (INN) and 4-hydroxybenzoate)	0.1		
26	海克替啶	hexetidine (INN) (5-amino-1, 3-bis (2-ethylhexyl) hexahydro-5-methylpyrimidine)	0.2		
27	3, 3'-双 (1-羟甲基-2,5-二氧代咪唑-4-基)1,1'-亚甲基双脲 (咪唑烷基脲)	3,3'-bis(1-hydroxymethyl-2,5-dioxoimidazolidin-4-yl) -1, 1'-methylenediurea (imidazolidinyl urea)	0.6		
28	1,3-双 (羟甲基)-5,5-二甲基咪唑啉-2,4-二酮	1,3-bis(hydroxymethyl)-5,5-dimethylimidazolidine-2,4-dione	0.2 (甲醛), 游离值或理论有效值		当浓度大于0.05%时, 注明含有“甲醛”
29	丙酸及其盐类	propionic acid and its salts	2 (酸计)		
30	甲酸	formic acid	0.5 (酸)		
31	四溴-邻-甲苯酚	tetrabromo-o-oresol	0.3		
32	4-异丙基-m-甲苯酚	4-isopropyl-m-cresol	0.1		
33	吡啶硫酮锌	pyrithione zinc (INN) (bis(1-hydroxy-2-(1H)-pyridinethionato)zinc	0.5	仅用于用后清洗掉的产品中	

续表 4

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
34	吡啶硫酮钠	pyrithione sodium (INN) (pyridine-2-thione 1-oxide sodium derivative)	0.5		
35	吡啶硫酮铝樟磺酸盐	pyrithione aluminium camlsilate	0.2		
36	苯甲酸及其盐类、酯类	benzoic acid, its salts and esters	0.5 (酸计)		
37	2-苯氧基乙醇	2-phenoxyethanol	1		
38	1-苯氧丙烷-2-醇	1-phenoxypropan-2-ol	1		
39	苯基汞化合物 (包括硼酸盐)	phenylmercuric salts (including borate)	0.007 (汞)	仅用于眼部化妆品和卸妆品	含有“苯基汞化合物”
40	苄醇	benzyl alcohol	1		
41	苄索氯铵	benzethonium chloride (INN) (benzyl dimethyl-(2(2-(1,1,1,3-tetramethylbutylphenoxy)ethoxy)-ethyl) ammonium chloride)	0.1		
42	苄氯酚 (2-苄基-4-氯苯酚)	clorofene (INN) (2-benyl-4-chlorophenol)	0.2		
43	碘化 3-庚基-2-(3-庚基-4-甲基-4-噻唑啉-2-亚基甲基)-4-甲基噻唑啉鎓	3-heptyl-2-(3-heptyl-4-methyl-4-thiazolin-2-ylidenemethyl)-4-methylthiazolinium iodide	0.002	用于乳剂、香波和化妆水	
44	洗必泰、葡萄糖酸洗必泰、醋酸洗必泰和盐酸洗必泰	chlorhexidine and its digluconate, diacetate and dihydrochloride	0.3		
45	1-氧代-2-羟基-吡啶	pyridin-2-ol 1-oxide	0.2	仅用于冲洗掉的产品中	

续表 4

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
46	4-羟基苯甲酸及其盐类、酯类(苄基酯除外)	4-hydroxybenzoic acid and its salts and esters except benzyl ester	单一酯: 0.4 (酸) 混合酯: 0.8 (酸)		
47	4-羟基苯甲酸苄酯	4-hydroxybenzoic acid benzyl ester	0.1 (酸)		
48	8-羟基喹啉及其盐类	quinolin-8-ol and its salts	0.3	日光浴后使用的化妆品中禁用, 三岁以下儿童用的爽身粉禁用	三岁以下儿童禁用
49	1-羟甲基-5, 5-二甲基-乙内酰脲	1-hydroxymethyl-5,5-dimethyl-hydantoin	0.2 (甲醛)游离值或理论有效值	仅在使用后清洗掉产品中使用	当浓度大于0.05%时, 注明含“甲醛”
50	1-羟基-4-甲基-6-(2,4,4-三甲戊基)-2-吡啶酮及其单乙醇胺盐	1-hydroxy-4-methyl-6-(2,4,4-trimethylpentyl)-2-pyridon and its monoethanolamine salt	0.1	仅在使用后清洗掉产品中	
			0.5	用于其他产品中	
51	溴化烷基(C ₁₂ ~C ₂₂)三甲基铵氯化物(包括西曲溴铵)	alkyl(C ₁₂ ~C ₂₂) trimethylammonium bromide and chloride (including cetrimonium bromide)(INN)	0.1		
52	邻-苯基苯酚及其盐类	biphenyl-2-ol(o-phenylphenol)and its salts	0.2 (苯酚)		
53	碘酸钠	sodium iodate	0.1	仅用于用后清洗掉的产品中	
54	氯丁醇	chlorobutanol (INN)	0.5	除作泡沫剂外, 禁止在气溶胶产品中使用	含有“氯丁醇”
55	4-氯-2-甲苯酚	4-chloro-2-cresol	0.2		
56	4-氯-3,5-二甲苯酚	4-chloro-3,5-xyleneol	0.5		
57	2-氯-N-(羟甲基)乙酰胺	2-chloro-N-(hydroxymethyl)acetamide	0.3 (氯乙酰胺计)	仅用在用后清洗掉的产品	
58	2-氯乙酰胺	2-chloroacetamide	0.3		含有“氯乙酰胺”

续表 4

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围和必要条件	标签上必要说明
59	5-氯-2-甲基-异噻唑-3(2H)-酮和2-甲基噻唑-3(2H)-酮与氯化镁及硝酸镁的混合物	mixture of 5-chloro-2-methylisothiazol-3(2H)-one and 2-methylisothiazol-3(2H)-one with magnesium chloride and magnesium nitrate	0.005		
60	1-(4-氯苯氧基)-1-(咪唑-1-基)3,3-二甲丁烷-2-酮	1-(4-chlorophenoxy)-1-(1-imidazol-1-yl)3,3-dimethylbutan-2-one	0.5		
61	硼酸	boric acid	0.5	仅用于口腔用品中	
			3	用于其他产品	
62	3-乙酰基-6-甲基-2H-吡喃-2,4(3H)-二酮(脱氢乙酸)及其盐类	3-acetyl-6-methyl-2H-pyran-2,4(3H)-dione(dehydroacetic acid) and its salts	0.6(酸)		
63	溴硝丙醇(2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇)	bronopol(INN)(2-bromo-2-nitro-1,3-propanediol)	0.1		
64	5-溴-5-硝基-3,3-二甲氧烷	5-bromo-5-nitro-1,3-dioxane	0.1	仅用于用后清洗掉产品中	
65	盐酸聚六亚甲基双胍	polyhexamethylene biguanide hydrochloride	0.3		
66	乌洛托品(六亚甲基四胺)	methenemine(INN)(hexamethylenetetramine)	0.2(甲醛)游离值或理论有效值		当浓度大于0.65%, 注明含有“甲醛”

注: ① 本表所列防腐剂均为一种起抑制化妆品中微生物生长的物质。

② 化妆品产品中其他可具有抗微生物的物质不包括在本表中。

③ 本表中“盐类”指阳离子钠、钾、钙、镁、铵、醇胺类和阴离子氯化物、溴化物、硫酸、乙酸的盐类。

④ 本表中“酯类”指甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、苯基的酯类。

⑤ 本表中最大允许浓度一项中, 数值下角标志系指以此种物质计算。

⑥ INN, International Non-proprietary Names.

表 5 化妆品组中限用紫外线吸收剂

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围及必要条件	标签上必要说明
1	对-双(羟丙基)氨基苯甲酸乙酯(混合异构体)	ethyl-4-bis(hydroxypropyl)-aminobenzoate, mixed isomers	5		
2	乙氧基化-对-氨基苯甲酸	ethyl 4-bis(hydroxypropyl)-aminobenzoate, mixed isomers	10		
3	对-二甲氨基苯甲酸-2-乙基己酯	2-ethylhexyl 4-dimethylaminobenzoate	8		
4	邻-(4-苯基苯甲酰基)苯甲酸-2-乙基己酯	2-ethylhexyl 2-(4-phenylbenzoyl)benzoate	10		
5	对-甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯	2-ethylhexyl 4-methoxycinnamate	10		
6	帕地马酯(对-二甲氨基苯甲酸戊酯)	padimate(INN)(pentyl p-dimethylaminobenzoates)	5		含有“对-二甲氨基苯甲酸戊酯”
7	3,4-二羟基-5-(3,4,5-三羟基苯甲酰氧基)苯甲酸, 三油酸酯	3,4-dihydroxy-5-(3,4,5-trihydroxybenzoyloxy)benzoic acid, trioleate	4		
8	3,4-二甲氧基苯基乙醛酸钠	sodium 3,4-dimethoxyphenylglyoxylate	5		
9	5-(3,3-二甲基-8,9,10-三降冰片-2-亚基)戊-3-烯-2-酮	5-(3,3-dimethyl-8,9,10-trinorborn-2-ylidene)pent-3-en-2-one	3		
10	邻-乙酰氨基苯甲酸-3,3,5-三甲基环己酯	3,3,5-trimethylcyclohexyl-2-acetamidobenzoate	2		
11	水杨酸高基酯	homosalate(INN) (homomenthyl salicylate; 3,3,5-trimethylcyclohexyl salicylate)	10		
12	水杨酸盐(钾、钠和三乙醇胺盐)	salicylic acid salts (potassium, sodium and triethanolamine salts)	2 (酸)	成品中不得释放出酸性物质	三岁以下儿童禁用
13	水杨酸苯酯	phenyl salicylate, salol	1		
14	对-甲氧基肉桂酸盐(钾、钠和二乙醇胺盐)	4-methoxycinnamic acid salts (potassium, sodium and diethanolamine salts)	3 (酸)		

续表 5

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围及必要条件	标签上必须说明
15	美可西酮	mexenone(INN)(2-hydroxy-4-methoxy-4'-methylbenzophenone	4		含有“美可西酮”
16	5-甲基-2-苯基苯并噁唑	5-methyl-2-phenylbenzoxazole	4		
17	3-(4-甲基亚苄基莰烷-2-酮)	3-(4-methylbenzylidene)-bornan-2-one	6		
18	对-甲氧基肉桂酸戊酯的混合异构体	amyl 4-methoxycinnamate mixed isomers	10		
19	对-甲氧基肉桂酸丙酯	propyl 4-methoxycinnamate	3		
20	水杨酸-4-异丙基苄酯	4-isopropylbenzyl salicylate	4		
21	肉桂酸钾	potassium cinnamate	2		
22	3-亚苄基莰烷-2-酮	3-benzylidenebornan-2-one	6		
23	4-氨基苯甲酸	4-aminobenzoic acid	5		
24	对-氨基苯甲酸单甘油酯	glycerol 1-(4-aminobenzoate)	5	不能含苯佐卡因	
25	对-甲氧基肉桂酸环己基酯	cyclohexyl 4-methoxycinnamate	1		
26	1-(4-特丁基苯基)丙烷-1,3-二酮	1-(4-tert-butylphenyl)-propane-1,3-dione	5		
27	2-苯基苯咪唑-5-磺酸及其钾、钠和三乙醇胺盐	2-phenylbenzimidazole-5-sulphonic acid and its potassium, sodium and triethanolamine salts	8 (酸)		
28	3-咪唑-4-基丙烯酸及乙基酯	3-imidazol-4-ylacrylic acid and its ethyl ester	2 (酸)		
29	1- <i>p</i> -枯烯基-3-苯基丙烷-1,3-二酮	1- <i>p</i> -cumenyl-3-phenylpropane-1,3-dione	5		
30	α -(2-氧代冰片-3-亚基)- <i>p</i> -二甲苯-2-磺酸	α -(2-oxoborn-3-ylidene)- <i>p</i> -xylene-2-sulphonic acid	6		
31	α -(2-氧代冰片-3-亚基)甲苯-4-磺酸及其盐类	α -(2-oxoborn-3-ylidene)toluene-4-sulphonic acid and its salts	6 (酸)		

续表 5

序号	物质名称	英文名称	化妆品中最大允许浓度, %	限用范围及必要条件	标签上必要说明
32	羟苯甲酮	oxybenzone(INN)(2-hydroxy-4-methoxybenzophenone)	10		含有“羟苯甲酮”
33	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸及钠盐	sulisobenzene(INN) (5-benzoyl-4-hydroxy-1-methoxybenzenesulfonic acid) and sulisobenzene sodium(INN)	5 (酸)		
34	α -羟基-4-甲氧基肉桂酸及其己基酯	oxybenzone(INN)(2-hydroxy-methoxybenzophenone)	5		
35	西诺沙酮(对-甲氧基肉桂酸-2-乙氧基乙酯)	cinoxate (INN) (2-ethoxyethyl-p-methoxycinnamate)	5		
36	水杨酸-2-乙基己酯	2-ethylhexyl salicylate	5		

注: ① 表中所列紫外线系指防晒化妆品含有的物质, 主要用于滤去一定的紫外线, 以保护皮肤不受这些射线危害。

② 本表不包括用于保护产品避免紫外线照射而加入的紫外线吸收剂。

表 6 化妆品组分中暂用着色剂

序号	染料索引号 (Color Index)		染料索引名称色号 (C.I. Generic Name)	中文 名称	Food And Drug Administration Official Name	允许使用范围及限制 条件(见注②)
1	45430	食品红 14	Food Red 14	食用櫻 桃 红	FD & C Red No.3	III
2	14700	食品红 1	Food Red 1		FD & C Red No.4	IV
3	16035	食品红 17	Food Red 17		FD & C Red No.40	III
4	15850	颜料红 57	Pigment Red 57		D & C Red No.6	III
5	15850:1	颜料红 57:1	Pigment Red 57:1		D & C Red No.7	III
6	15585	颜料红 53	Pigment Red 53		D & C Red No.8	III 唇膏中用量<6%
7	15585:1	颜料红 53:1	Pigment Red 53:1		D & C Red No.9	III 唇膏中用量<6%
8	26100	溶剂红 23	Solvent Red 23		D & C Red No.17	IV
9	45170	盐基紫 10	Basic Violet 10		D & C Red No.19	IV
10	45380:2	溶剂红 43	Solvent Red 43		D & C Red No.21	III
11	45380	酸性红 37	Acid Red 37		D & C Red No.22	III
12	45410:1	溶剂红 48	Solvent Red 48		D & C Red No.27	III

续表 6

序号	染料索引号 (Color Index)		染料索引名称色号 (C.I. Generic Name)	中文 名称	Food And Drug Administration Official Name	允许使用范围及限制 条件(见注②)
13	45410	酸性红 92	Acid Red 92		D & C Red No.28	III
14	73360	还原红 1	Vat Red 1		D & C Red No.30	III
15	15800:1	颜料红 64:1	Pigment Red 64:1		D & C Red No.31	IV
16	17200	酸性红 33	Acid Red 33		D & C Red No.33	III 唇膏中用量<6%
17	15880:1	颜料红 63:1	Pigment Red 63:1		D & C Red No.34	IV
18	12085	颜料红 4	Pigment Red 4		D & C Red No.36	III 唇膏中用量<3%
19	11920	食品橙 3	Food Orange 3	食用苏丹黄		III
20	19140	食品黄 4	Food Yellow 4	食用柠檬黄	FD & C Yellow No.5	III
21	15985	食品黄 3	Food Yellow 3	食用桔黄	FD & C Yellow No.6	III
22	45350:1	溶剂黄 94	Solvent Yellow 94		D & C Yellow No.7	IV
23	45350	酸性黄 73	Acid Yellow 73		D & C Yellow No.8	IV
24	47005	酸性黄 3	Acid Yellow 3		D & C Yellow No.10	III
25	47000	溶剂黄 33	Solvent Yellow 33		D & C Yellow No.11	IV
26	10316	酸性黄 1	Acid Yellow 1		Ext. D & C Yellow No.7	IV
27	15510	酸性橙 7	Acid Orange 7		D & C Orange No.4	IV
28	45370:1	溶剂红 72	Solvent Red 72		D & C Orange No.5	III 唇膏中用量<6%
29	45425:1	溶剂红 73	Solvent Red 73		D & C Orange No.10	IV
30	45425	酸性红 95	Acid Red 95		D & C Orange No.11	IV
31	12075	颜料橙 5	Pigment Orange 5		D & C Orange No.17	IV
32	42053	食品绿 3	Food Green 3		FD & C Green No.3	III
33	61570	酸性绿 25	Acid Green 25		D & C Green No.5	III
34	61565	溶剂绿 3	Solvent Green 3		D & C Green No.6	IV
35	59040	溶剂绿 7	Solvent Green 7		D & C Green No.8	IV 外用品用量 ≤0.01%
36	42090	食品蓝 2	Food Blue 2	食用亮蓝	FD & C Blue No.1	III
37	42090	酸性蓝 9	Acid Blue 9		D & C Blue No.4	IV
38	60725	溶剂紫 13	Solvent Violet 13		D & C Violet No.2	IV

续表 6

序号	染料索引号 (Color Index)		染料索引名称色号 (C.I. Generic Name)	中文 名称	Food And Drug Administration Official Name	允许使用范围及限制 条件(见注②)
39	60730	酸性紫 43	Acid Violet 43		Ext. D & C Violet No.2	IV
40	20170	酸性橙 24	Acid Orange 24		D & C Brown No.1	IV
41	77000	铝粉	Pigment Metal 1	铝粉	Aluminium Powder	II
42	75130	β -胡萝卜素	Natural Yellow 26	β -胡萝卜素	β -Carotene	I
43	77163	氢氧化铋	Pigment White 14'31	氢氧化铋	Bismuth Oxychloride	I
44	77499	氧化铁黑 (人造)	Pigment Black 11	氧化铁黑 (人造)	Black Iron Oxide (synthetic)	I
45	77400	青铜粉	Pigment Metal 2	青铜粉	Bronze Powder	I
46	75470	胭脂红	Natural Red 4	胭脂红	Carmine	I
47	77289	氢氧化铬绿	Pigment Green 18	氢氧化铬绿	Chromium Hydroxide Green	II
48	77288	氧化铬绿	Pigment Green 17	氧化铬绿	Chromium Oxide Green	II
49	77400	铜粉	Pigment Metal 2	铜粉	Copper Powder	I
50	77520	亚铁氰化铁铵	Pigment Blue 27	亚铁氰化铁铵	Ferric Ammonium Ferrocyanide	II
51	77510	亚铁氰化铁	Pigment Blue 27	亚铁氰化铁	Ferric Ferrocyanoide	II
52	75170	鸟嘌呤	Natural White 1	鸟嘌呤	Guanine	I
53	75480	指甲花	Natural Orange 6	指甲花	Henna	仅用于染头发制品, 标明不能接触眼睛
54	77742	锰紫	Pigment Violet 16	锰紫	Manganese Violet	I
55	77019	云母	Pigment White 20 & 26	云母	Mica	I
56	75810	叶绿酸钾钠铜	Natural Green 3	叶绿酸 钾钠铜	Potassium Sodium Copper Chlorophyllin	仅用于牙膏, 用量 $\leq 0.1\%$
57	77491	氧化铁红 (人造)	Pigment Red 101	氧化铁 红	Red Iron Oxide (synthetic)	I
58	77891	二氧化钛	Pigment White 6	二氧化钛	Titanium Dioxide	I
59	77007 77013	群青绿、蓝 (人造)	Pigment Blue 29 Green 24	群青	Blue Ultramarine Green	II

续表 6

序号	染料索引号 (Color Index)		染料索引名称色号 (C.I. Generic Name)	中文 名称	Food And Drug Administration Official Name	允许使用范围及限制 条件(见注②)
60	77492	氧化铁黄 (人造)	Pigment Yellow 42843	氧化铁黄	Yellow Iron Oxide (synthetic)	I
61	77947	氧化锌	Pigment White 4	氧化锌	Zinc Oxide	I
62	16045	食品红 4	Food Red 4	食用大红		III
63	16255	食品红 7	Food Red 7	食用胭脂红		III
64	16290	食品红 8	Food Red 8	食用杨梅红		III
65	16185	食品红 9	Food Red 9	食用苋菜红		III
66	73015	食品蓝 1	Food Blue 1	食用靛蓝		III
67				乙酸铅	Lead acetate	仅用于染头发制品中, 制品铅含量 $<1\%$ (m/ V、Pb 计), 包装上 要标明含有乙酸铅及 注意事项

注: ① 表 6 中所列着色剂中的合成有机染料类与铝、钙、钡、锶和锆所生成的不可溶性盐及色淀, 也包括在本表内。

② I 类: 一般化妆品均可使用。

II 类: 不得用于口腔及唇部化妆品。

III 类: 不得用于眼部化妆品。

IV 类: 不得用于眼部、口腔及唇部化妆品。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部和轻工部提出, 由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生标准”起草小组负责起草。

本标准主要起草人秦钰慧、尹先仁、姜正德、刘燕华。

本标准由卫生部负责管理, 由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生化学标准检验方法
汞

UDC 668.58:543

.062

GB 7917.1—87

Standard methods of hygienic test for cosmetics
Mercury

本标准适用于化妆品中总汞的测定。本法最低检出量为 $0.01 \mu\text{g}$ 汞，若取 1 g 样品测定，最低检测浓度为 0.01 ppm 。

本标准采用冷原子吸收分光光度法。

1 方法提要

汞蒸气对波长 253.7 nm 的紫外光具特征吸收。在一定的浓度范围内，吸收值与汞蒸气浓度成正比。样品经消解、还原处理将化合态的汞转化为元素汞，再以载气带入测汞仪，测定吸收值，与标准系列比较定量。

2 样品采集

2.1 受检的化妆品应按随机抽样原则抽取并应满足检验所需的样品量（不得少于六个最小包装单位），以确保采集的样品具有代表性。

2.2 供检样品应严格保持原有的包装状态。容器不得破损。

2.3 所取样品应由供、取单位双方共同加封。

2.4 实验室接到样品后应进行登记，并检查封口的完整性。最少对其中三个最小包装单位开封检验（但不大于所取包装的半数）。未开封样品应保存待查至提出报告后的二个月。

3 试剂

3.1 去离子水或同等纯度的水：将一次蒸馏水经离子交换净水器净水，贮存于全玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

注：试剂的配制和分析步骤中均使用此水。

3.2 硝酸（密度 1.42 g/ml ）：优级纯。

3.3 硫酸（密度 1.84 g/ml ）：优级纯。

3.4 盐酸（密度 1.19 g/ml ）：优级纯。

3.5 过氧化氢（30%）：分析纯。

3.6 五氧化二钒：分析纯。

3.7 硫酸（10%）。

3.8 氯化亚锡溶液（20%）：称取 20 g 氯化亚锡（分析纯）置于 250 ml 烧杯中，加入 20 ml 浓盐酸（3.4），加水稀释至 100 ml。

3.9 重铬酸钾溶液（10%）：称取 10 g 重铬酸钾（分析纯），溶至 100 ml 水中。

3.10 重铬酸钾硝酸溶液：取 5 ml 重铬酸钾溶液（3.9），加入硝酸（3.2）50 ml，用水稀释至 1000 ml。

3.11 汞标准溶液

3.11.1 称取 0.1354 g 氯化汞（ HgCl_2 ，分析纯）置于 100 ml 烧杯中，加入重铬酸钾硝酸溶液（3.10）溶解。移入 1000 ml 容量瓶中，再用重铬酸钾硝酸溶液稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 100 μg 。

3.11.2 移取 10.0 ml 汞标准溶液（3.11.1）置于 100 ml 容量瓶中，用重铬酸钾硝酸溶液（3.10）稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 10.0 μg 。此溶液可保存一个月。

3.11.3 移取 10.0 ml 汞标准溶液（3.11.2）置于 100 ml 容量瓶中，用重铬酸钾硝酸溶液（3.10）稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 1.00 μg 。此溶液临用前配制。

3.11.4 移取汞标准溶液（3.11.3）10.0 ml 至 100 ml 容量瓶中，用重铬酸钾硝酸溶液（3.10）稀释至刻度。此溶液每毫升含汞 0.10 μg 。

4 仪器

4.1 50 ml 比色管。

4.2 100 ml 锥形瓶。

4.3 圆底烧瓶（250 ml）及 40 cm 长全玻璃磨口球形冷凝管。

4.4 水浴锅。

4.5 冷原子吸收测汞仪。

4.6 汞蒸气发生瓶。

5 分析步骤

5.1 样品预处理（以下方法可任选一种）

5.1.1 湿式回流消解法

5.1.1.1 称取约 1.00 g 试样，置于 250 ml 圆底烧瓶中。随同试样做试剂空白。

5.1.1.2 样品如含有乙醇等有机溶剂，先在水浴或电热板上低温挥发（不得干涸）。

5.1.1.3 加入 30 ml 硝酸①（3.2）、5 ml 水、5 ml 硫酸（3.3）及数粒玻璃珠。置于电炉上，接上球形冷凝管，使冷凝水循环。

5.1.1.4 加热回流消解 2 h。消解液一般呈微黄或黄色。

① 样品中含有碳酸钙等碳酸盐类的粉剂，在加酸时应缓慢加入，以防二氧化碳气体产生过于猛烈。

5.1.1.5 从冷凝管上口注入 10 ml 水, 继续加热回流 10 min, 放置冷却。

5.1.1.6 用预先用水湿润的滤纸过滤消解液, 除去固形物。对于含油脂蜡质多的试样, 可预先将消解液冷冻使油质蜡质凝固。

5.1.1.7 用蒸馏水洗滤器数次, 合并洗涤液于滤液中, 定容至 50 ml 备用。

5.1.2 湿式催化消解法

5.1.2.1 称取约 1.00 g 试样, 置于 100 ml 锥形瓶中。随同试样做试剂空白。

5.1.2.2 样品如含有乙醇等有机溶剂, 先在水浴或电热板上低温挥发(不得干涸)。

5.1.2.3 加入 50 mg 五氧化二钒 (3.6)、7 ml 浓硝酸 (3.2)。置沙浴或电热板上用微火加热至微沸。取下放冷, 加 8 ml 硫酸 (3.3), 于锥形瓶口放一小玻璃漏斗, 在 135~140℃ 温度下继续消解并于必要时补加少量硝酸, 消解至溶液呈现透明蓝绿色或桔红色。冷却后, 加少量水继续加热煮沸约 2 min 以驱赶二氧化氮。定容至 50 ml 备用。

5.1.3 浸提法, 本方法不适用于含蜡质样品。

5.1.3.1 称取约 1.00 g 试样, 置于 50 ml 比色管中, 随同试样做试剂空白。

5.1.3.2 样品如含有乙醇等有机溶剂, 先在水浴挥发(不得干涸)。

5.1.3.3 加入 5 ml 硝酸(3.2)和 1 ml 过氧化氢 (3.5), 放置 30 min 后, 沸水浴加热约 2 h。冷至室温, 用 10% 硫酸(3.7)定容至 50 ml 备用。

5.2 测定

移取 0、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00、2.00 ml 汞标准溶液 (3.11.4)、适量样品溶液(5.1.1.7、5.1.2.3 或 5.1.3.3)和空白溶液, 置于 100 ml 锥形瓶中, 用 10% 硫酸(3.7)定容至一定体积。按仪器说明书调整好测汞仪。将标准系列、空白和样品逐个倒入汞蒸气发生瓶中, 加入 2 ml 氯化亚锡溶液(3.8), 迅速塞紧瓶塞。开启仪器气阀, 待指针至最高读数时, 记录其读数。

5.3 绘制工作曲线, 从曲线上查出测试液中汞含量。

6 分析结果的计算

按下式计算汞浓度:

$$\text{Hg}(\text{ppm}) = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V_1}{V}}$$

式中: m_0 ——从工作曲线上查得试剂空白的汞量, μg ;

m_1 ——从工作曲线上查得样品测试液中的汞量, μg ;

m ——称样量, g;

V_1 ——分取样品溶液体积, ml;

V ——样品溶液总体积, ml。

附加说明:

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生化学标准检验方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人郑星泉、沈文、王鹏、杜秀玲、刘玉清。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生化学标准检验方法 砷

UDC 668.58:543
.062

GB 7917.2—87

Standard methods of hygienic test for cosmetics
Arsenic

本标准适用于化妆品中总砷的测定。规定的两种方法最低检出量为 $0.5 \mu\text{g}$ 砷。若取 1 g 样品测定，最低检测浓度为 0.5 ppm 。

1 二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

1.1 方法提要

经灰化或消解后的试样，在碘化钾和氯化亚锡的作用下，样液中五价砷被还原为三价。三价砷与新生态氢生成砷化氢气体。通过用乙酸铅溶液浸泡的棉花去除硫化氢干扰，然后与溶于三乙醇胺-氯仿中的二乙氨基二硫代甲酸银作用，生成棕红色的胶态银，比色定量。钴、镍、汞、银、铂、铬和钼可干扰砷化氢的发生，但正常情况下，化妆品中含量不会产生干扰。锑对测定有明显干扰。

1.2 样品采集

见 GB 7917.1—87《化妆品卫生化学标准检验方法 汞》第2章。

1.3 试剂

1.3.1 去离子水或同等纯度的水：将一次蒸馏水经离子交换净水器净水，贮存于全玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

注：试剂的配制，提纯和分析步骤中均用此水。

1.3.2 硝酸（密度 1.42 g/ml ）：分析纯。

1.3.3 硫酸（密度 1.84 g/ml ）：分析纯。

1.3.4 硫酸（1+1）。

1.3.5 硫酸（ 1 mol/L ）。

1.3.6 氢氧化钠（20%）。

1.3.7 酚酞指示剂（0.1%乙醇溶液）：称取 0.1 g 酚酞，溶于 50 ml 95%乙醇，加水至 100 ml 。

1.3.8 氧化镁：分析纯。

1.3.9 硝酸镁（10%）。

1.3.10 盐酸（1+1）。

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

1.3.11 碘化钾 (15%)。

1.3.12 氯化亚锡溶液 (40%)：称取 40 g 氯化亚锡 (分析纯)，溶于 40 ml 浓盐酸 (分析纯) 中，加水至 100 ml 溶液中，可放入金属锡粒数颗。

1.3.13 无砷锌粒：10~20 目。

1.3.14 乙酸铅溶液 (10%)。

1.3.15 乙酸铅棉花：将脱脂棉浸入 10% 乙酸铅溶液 (1.3.14)，2 h 后取出，晾干，并使膨松。

1.3.16 二乙氨基二硫代甲酸银 (DDC-Ag) 溶液：称取 0.25 g DDC-Ag，用少许氯仿溶解。加入 1.0 ml 三乙醇胺，再用氯仿稀释至 100 ml。必要时可过滤。置于棕色瓶内，于冰箱中存放。

1.3.17 氯仿：分析纯。

1.3.18 三乙醇胺。

1.3.19 砷标准贮备液：称取 0.6600 g 经 105℃ 干燥 2 h 的三氧化二砷 (As_2O_3 ，分析纯)，溶于 5 ml 20% 氢氧化钠溶液 (1.3.6) 中，以酚酞 (1.3.7) 作指示剂，用 1 mol/L 硫酸溶液 (1.3.5) 中和至中性后，再加入 15 ml 1 mol/L 硫酸溶液 (1.3.5)，并用水定容至 500 ml。此溶液 1.00 ml 含 1.00 mg 砷。

1.3.20 砷标准溶液：移取砷标准贮备液 (1.3.19) 1.00 ml 置于 100 ml 容量瓶中，加水至刻度，混匀。临用时吸取此溶液 10.0 ml，加水定容至 100 ml，混匀。此溶液 1.00 ml 含 1.00 μ g 砷。

1.4 仪器

1.4.1 凯氏定氮瓶 (250 ml)，或锥形瓶 (125 ml)。

1.4.2 瓷蒸发皿 (50 ml)。

1.4.3 砷测定装置：如图 1。

1.4.4 分光光度计。

1.5 分析步骤

1.5.1 样品前处理 (可任选一种处理方法)

1.5.1.1 HNO_3 - H_2SO_4 湿式消解法

试样如含有乙醇等溶剂，则应预先将溶剂挥发 (不得干涸)，如含有甘油特别多的试样，消解时应特别注意安全。

称取约 1.00~2.00 g 经充分混匀的试样，同时作试剂空白。置于 250 ml 定氮消解瓶或 125 ml 锥形瓶中，加入数颗玻璃珠。然后加 5 ml 水、10~15 ml 硝酸 (1.3.2)，放置片刻后，缓缓加热，反应开始后移去热源，冷却后加入 5 ml 硫酸 (1.3.3)，继续加热消解。若消解过程中溶液出现棕色，可加少许硝酸继续消解，如此反复，直至溶液澄清或微黄。放置冷却后加 20 ml 水，继续加热煮沸至产生白烟。如此处理两次，将消解液定量转移至 50 ml 容量瓶中，加水定容至刻度，备用。此溶液每 10 ml 相当含 (1+1) 硫酸 2 ml。

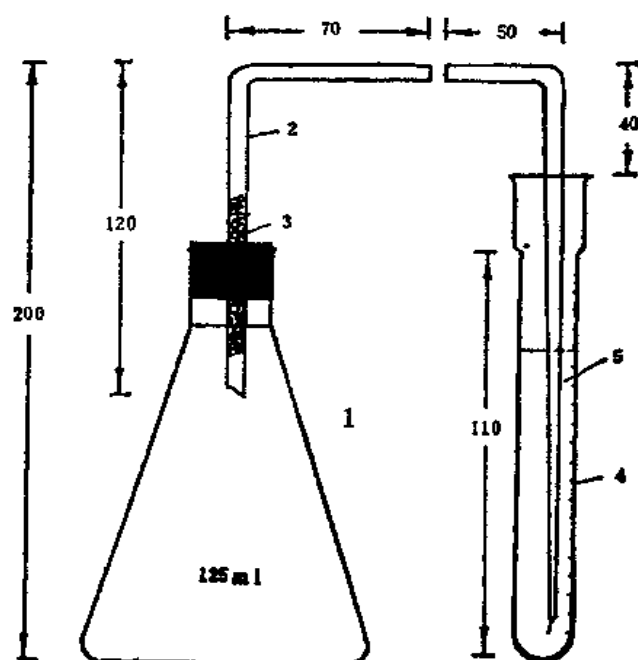


图 1

1—125 ml 锥形瓶 2—导气管 3—乙酸铅棉花 4—10 ml
刻度试管 5—二乙氨基二硫代甲酸银吸收液

1.5.1.2 干灰化法

称取约 1.00~2.00 g 经充分混匀的试样,置于 50 ml 瓷蒸发皿中,同时作试剂空白,加入 10 ml 10% 硝酸镁溶液(1.3.9)①、1 g 氧化镁(1.3.8)粉末,将试样及灰化助剂充分混匀,在水浴上蒸干水分,然后在小火上炭化至不冒烟,移入箱形电炉,在 600℃ 下灰化 4 h,冷却取出,向灰分加水少许,使润湿,然后用 20 ml (1+1) 盐酸(1.3.10) 分数次加入以溶解灰分及洗蒸发皿。并加水定容至 50 ml,备用。此溶液每 10 ml 相当含盐酸(1+1) (已除外中和消耗量) 2.0 ml。

1.5.2 测定

移取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.0 ml 砷标准溶液(1.3.20)、适量样液(1.5.1.1 或 1.5.1.2) 和空白溶液,分别置于砷化氢发生瓶中。样品采用湿式消解法(1.5.1.1) 处理者,加入硫酸使总酸量相当含(1+1) 硫酸 10 ml, 样品采用干灰化法(1.5.1.2) 处理者,加入盐酸(1+1) 使总酸含量为 10 ml。然后加水至总体积为 50 ml。

各加 2.5 ml 15% 碘化钾溶液(1.3.11) 及 2.0 ml 40% 氯化亚锡溶液(1.3.12), 摇匀。放置 10 min 后,加入 3~5 g 锌粒(1.3.13),立即接上塞有乙酸铅棉的导气管,并

① 含油、蜡质高的样品,改为 1g 硝酸镁固体。

将其插入已加有 5.0 ml 二乙氨基二硫代甲酸银溶液(1.3.12)的吸收管。室温(25℃)下反应 1 h。

反应完毕,若吸收液体积减少,则用氯仿补至 5.0 ml。将部分吸收液移入 1 cm 比色皿中,以氯仿为参比,在分光光度计上,于波长 515 nm 处,测量吸光度。

1.5.3 绘制工作曲线,从曲线上查出测试液中砷含量。

1.6 分析结果的计算

按式(1)计算砷浓度:

$$As(ppm) = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V_1}{V}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——从工作曲线上查得试剂空白的砷量, μg ;

m_1 ——从工作曲线上查得样品测试液中的砷量, μg ;

m ——称样量, g;

V_1 ——分取样品溶液体积, ml;

V ——样品溶液总体积, ml。

2 砷斑法

2.1 方法提要

经灰化或消解后的试样,在碘化钾、氯化亚锡以及新生态氢的作用下,生成砷化氢。经去除硫化氢干扰后,与溴化汞试纸作用生成黄棕色斑点。与标准砷斑比较定量。

钴、镍、汞、银、铂、铬和钼可干扰砷化氢的发生,但正常情况下化妆品含量,不会产生干扰。锑含量在 0.1 mg 以下无影响。

2.2 样品采集

同 1.2。

2.3 试剂

2.3.1~2.3.15 同 1.3.1~1.3.15。

2.3.16 乙酸铅滤纸片:经 10% 乙酸铅溶液(1.3.14)浸渍的滤纸,晾干并切成 4 cm × 7 cm 片状,用时卷成小纸卷。

2.3.17 溴化汞溶液(5%):称取 5 g 溴化汞(分析纯),溶于 95% 乙醇中,并稀释到 100 ml,贮于棕色瓶中。

2.3.18 溴化汞试纸:直径 2 cm 圆形滤纸片,在 5% 溴化汞溶液(2.3.17)中浸渍,用前晾干。

2.3.19~2.3.20 同 1.3.19~1.3.20。

2.4 仪器

2.4.1~2.4.2 同 1.4.1~1.4.2。

2.4.3 砷化氢发生瓶。

2.4.4 测砷管：见图 2。

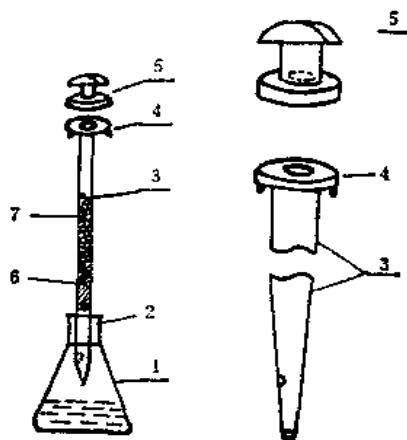


图 2

1—锥形瓶 2—标准玻璃磨口 3—测砷管 4—管口
5—玻璃槽 6—乙酸铅纸 7—乙酸铅棉

2.5 分析步骤

2.5.1 样品前处理

2.5.1.1~2.5.1.2 同 1.5.1.1~1.5.1.2。

2.5.2 测定

移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00 ml 砷标准溶液 (2.3.20)、适量样液 (2.5.1.1 或 2.5.1.2) 和空白溶液，分别置于砷化氢发生瓶中，各加 10 ml (1+1) 盐酸 (2.3.10) (样品及空白瓶要分别减去加入的样品液及空白液的含酸量)，加水至总体积为 50 ml。再加 2.5 ml 15% 碘化钾 (1.3.11) 及 2.0 ml 40% 氯化亚锡溶液 (2.3.12)，摇匀，放置 10 min 左右。

将乙酸铅棉花及乙酸铅滤纸装入测砷管中，并将溴化汞试纸紧夹于测砷管上部磨口之间。注意试纸必须夹紧，并对准孔径位置。

向各砷化氢发生瓶中加入 3~5 g 锌粒 (2.3.13)，迅速装上测砷管并塞紧。在室温 (25℃) 下反应 1 h，取下溴化汞试纸。将样品砷斑与标准砷斑比较，定量。

2.6 分析结果的计算

按式 (2) 计算砷浓度：

$$\text{As (ppm)} = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V_1}{V}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：\$m_0\$——与标准砷斑比较得空白含砷量，\$\mu\text{g}\$；

\$m_1\$——与标准砷斑比较得测试液含砷量，\$\mu\text{g}\$；

\$m\$——样品质量，\$\text{g}\$；

\$V_1\$——测定时样液取样体积，\$\text{ml}\$；

V ——样液总体积，ml。

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生化学标准检验方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人沈文、郑星泉、陈辰、刘玉清。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生化学标准检验方法 铅

UDC 668.58.543
.062

GB 7917.3—87

Standard methods of hygienic test for cosmetics

Lead

1 火焰原子吸收分光光度法

本方法适用于化妆品中铅的测定。本方法样品最低检测浓度为 4 ppm。

1.1 方法提要

样品经预处理，使铅以离子状态存在于试液中，试液中铅离子被原子化后，基态原子吸收来自铅空心阴极灯发出的共振线，其吸收量与样品中铅含量成正比。在其他条件不变的情况下，根据测量被吸收后的谱线强度，与标准系列比较，进行定量。

1.2 样品采集

同 GB 7917.1—87《化妆品卫生化学标准检验方法 汞》第 2 章。

1.3 试剂

1.3.1 去离子水或同等纯度的水：将一次蒸馏水经离子交换净水器净水，贮存于全玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

注：所有试剂配制及分析步骤中所用的水均为此水。

1.3.2 硝酸(密度 1.42 g/ml)：优级纯。

1.3.3 高氯酸(70%~72%)：优级纯。

1.3.4 过氧化氢(30%)：优级纯。

1.3.5 硝酸(1+1)。

1.3.6 混合酸：硝酸(1.3.2)和高氯酸(1.3.3)按(3+1)混合。

1.3.7 铅标准溶液

1.3.7.1 称取纯度为 99.99% 的金属铅 1.000 g，加入 20 ml (1+1) 硝酸(1.3.5)，加热使溶解，转移到 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度。此标准溶液 1 ml 相当于 1.00 mg 铅。

1.3.7.2 移取铅标准液(1.3.7.1) 10.0 ml 至 100 ml 容量瓶中，加 2 ml (1+1) 硝酸(1.3.5)，用水稀释至刻度，此溶液 1 ml 相当于 100 μ g 铅。

1.3.7.3 移取铅标准液(1.3.7.2) 10.0 ml 至 100 ml 容量瓶中，加 2 ml (1+1) 硝酸，用水稀释至刻度，此溶液 1 ml 相当于 10.0 μ g 铅。

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

1.3.8 MIBK (甲基异丁基酮): 分析纯。

1.3.9 盐酸 (7 N): 取 30 ml 盐酸 (密度 1.19 g/ml), 加水至 50 ml。

1.3.10 BTB (溴麝香草酚蓝) (0.1%): 称取 100 mg BTB, 溶于 50 ml 95% 乙醇溶液, 加水至 100 ml。

1.3.11 柠檬酸铵 (25%): 必要时用 DDTC (1.3.14) 和 MIBK (1.3.8) 萃取除铅。

1.3.12 氢氧化铵 (1+1): 优级纯。

1.3.13 硫酸铵 (40%): 必要时, 以 DDTC (1.3.14) 和 MIBK (1.3.8) 萃取除铅。

1.3.14 DDTC (二乙氨基二硫代甲酸钠) (2%)。

1.3.15 APDC (吡咯烷二硫代甲酸钠) (2%)。

1.3.16 柠檬酸 (20%): 必要时用 APDC (1.3.15) 和 MIBK (1.3.8) 萃取除铅。

1.4 仪器

1.4.1 原子吸收分光光度计及其配件。

1.4.2 离心机。

1.4.3 硬质玻璃消解管或小型定氮消解瓶。

1.4.4 比色管, 10 ml 及 25 ml。

1.4.5 分液漏斗: 100 ml。

1.4.6 瓷坩埚: 50 ml。

1.4.7 箱形电炉。

1.5 分析步骤

1.5.1 样品预处理

1.5.1.1 湿式消解法

称取约 1.00~2.00 g 试样置于消化管中。同时做试剂空白。

含有乙醇等有机溶剂的化妆品, 先在水浴或电热板上将有机溶剂挥发。若为膏霜型样品, 可预先在水浴中加热使瓶颈上样品熔化流入消化管底部。

加入数粒玻璃珠, 然后加入 10 ml 硝酸 (1.3.2), 由低温至高温加热消解, 当消解液体积减少到 2~3 ml, 移去热源, 冷却。然后加入 2~5 ml 高氯酸①, 继续加热消

① 如使用不当, 高氯酸有爆炸危险。

安全使用高氯酸, 应注意以下几点:

1) 洒溅出的高氯酸要立即用水冲洗。

2) 通风橱、导气管和其他排除高氯酸蒸气的装置, 应由化学惰性物质制成, 并在消化完成后, 用水冲洗擦净。排气系统应安装在安全的位置。

3) 避免在使用高氯酸消化的通风橱中使用有机物或其他产烟物质。

4) 应使用护目镜、防护板及其他个人防护设备, 用聚氯乙烯手套, 不能用橡胶手套。

5) 用高氯酸湿法氧化, 除非另有说明, 应将样品首先用硝酸破坏易氧化的有机物, 并注意避免烧干。

6) 高氯酸在浓度为 72% (恒沸混合物, 沸点 203℃) 时, 是稳定的, 如果高氯酸被脱水 (如与强脱水剂接触), 形成无水高氯酸等, 其稳定性十分显著的下降, 此时遇热、撞击或遇有机物、还原剂 (如纸、木头或橡皮) 就会发生爆炸。

解, 不时缓缓摇动使均匀, 消解至冒白烟, 消解液呈淡黄色或无色溶液。浓缩消解液至 1 ml 左右。

冷至室温后定量转移至 10 ml (如为粉类样品, 则至 25 ml) 具塞比色管中, 以去离子水定容至刻度。如样液混浊, 离心沉淀后, 可取上清液进行测定。

1.5.1.2 干湿消解法

称取约 1.00~2.00 g 试样, 置于瓷坩埚中, 在小火上缓缓加热直至炭化。移入箱形电炉中, 500℃下灰化 6 h 左右, 冷却取出。

向瓷坩埚加入混合酸 (1.3.6) 约 2~3 ml, 同时作试剂空白。小心加热消解, 直至冒白烟, 但不得干涸。若有残存炭粒, 应补加 2~3 ml 混合酸, 反复消解, 直至样液为无色或微黄色。微火浓缩至近干。然后, 定量转移至 10 ml 刻度试管 (如为粉类, 则至 25 ml 刻度试管) 中, 用水定容至刻度。必要时离心沉淀。

1.5.1.3 浸提法 (本方法不适用于含蜡质样品)

称取约 1.00 g 试样, 置于比色管 (1.4.4) 中。同时做试剂空白。

样品中如含有乙醇等有机溶液, 先在水浴中挥发, 但不得干涸。加 2 ml 硝酸^① (1.3.2)、5 ml 过氧化氢 (1.3.4), 摇匀, 于沸水浴中加热 2 h。冷却后加水定容至 10 ml (如为粉类样品, 则定容至 25 ml)。如样品混浊, 离心沉淀后, 取上清液备用。

1.5.2 测定

1.5.2.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00 ml 铅标准溶液 (1.3.7.3), 分别置于数支 10 ml 比色管中, 加水至刻度。按仪器规定的程序, 分别测定标准、空白和样品溶液。但如样品溶液含有大量离子如铁、铋、铝、钙等干扰测定时, 应预先按 1.5.2.2 进行萃取处理。

绘制浓度-吸光度曲线, 计算样品含量。

1.5.2.2 样品如含有大量铁离子, 按 1.5.2.3 进行萃取。如含有大量铋等离子干扰, 按 1.5.2.4 进行萃取。如含有大量铝、钙等离子, 按 1.5.2.5 进行萃取。

1.5.2.3 将标准、空白和样品溶液转移至蒸发皿中, 在水浴上蒸发至干。加入 10 ml 7 N 盐酸 (1.3.9) 溶解残渣, 用等量的 MIBK (1.3.8) 萃取二次, 再用 5 ml 7 N 盐酸洗 MIBK 层, 合并盐酸溶液, 必要时赶酸, 定容, 进行直接测定或按 1.5.2.4 或 1.5.2.5 再次萃取, 以除去其他干扰离子。

1.5.2.4 将标准、空白或样品溶液转移至 100 ml 分液漏斗中, 加 2 ml 柠檬酸铵 (1.3.11)、1 滴 BTB 指示剂 (1.3.10), 用氢氧化铵 (1.3.12) 调溶液为绿色, 加 2 ml 硫酸铵 (1.3.13), 加水到 30 ml, 加 2 ml DDTc (1.3.14), 混匀。放置数分钟, 加 10 ml MIBK (1.3.8), 振摇 3 min, 静置分层, 取 MIBK 层进行测定。

1.5.2.5 将标准试剂空白和样品溶液转移至 100 ml 分液漏斗。加 2 ml 柠檬酸 (1.3.16), 用 (1+1) 氢氧化铵 (1.3.12) 调 pH 至 2.5~3.0, 加水至 30 ml, 加 2 ml

^① 样品中含有碳酸钙等碳酸盐类的粉剂, 在加酸时应缓慢加入, 以防二氧化碳气体产生过于猛烈。

2%APDC (1.3.15), 混合, 放置 3 min, 静置片刻, 加入 10 ml MIBK 振荡萃取 3 min, 将有机相转移至离心管中, 于 3000 r/min, 离心 5 min。取 MIBK 层溶液进行测定。

1.6 分析结果的计算

按式 (1) 计算铅浓度:

$$\text{Pb (ppm)} = \frac{(A - B) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A ——从标准曲线查得样品溶液铅浓度, $\mu\text{g/ml}$;

B ——从标准曲线查得试剂空白铅浓度, $\mu\text{g/ml}$;

V ——样液总体积, ml ;

m ——样品质量, g 。

2 双硫腙萃取分光光度法

本方法适用于化妆品中铅的测定。本方法最低检出量为 $1.0\mu\text{g}$ 铅, 若取 1g 样品测定, 则最低检出浓度为 1ppm 。

2.1 方法提要

样品经预处理后, 在弱碱性下样液中的铅与双硫腙作用生成红色螯合物, 用氯仿提取, 比色定量。有大量锡存在下干扰测定。本方法不适用于含有氧化钛及铍化合物的试样。

2.2 样品采集

见 GB 7917.1—87《化妆品卫生化学标准检验方法 汞》第 2 章。

2.3 试剂

2.3.1 去离子水或同等纯度的水: 同 1.3.1。

2.3.2 氨水 (1+1): 优级纯。

2.3.3 盐酸 (1+1): 优级纯。

2.3.4 酚红指示液: 0.1% 乙醇溶液。

2.3.5 20% 盐酸羟胺溶液: 取盐酸羟胺 20 g, 加 50 ml 水溶液, 加 2 滴酚红指示液, 加 (1+1) 氨水 (2.3.2) 调至 pH 8.5~9.0, 用双硫腙氯仿溶液 (2.3.10) 提取, 直至氯仿层绿色不变, 再用氯仿 (2.3.8) 洗水层两次, 此水层以 (1+1) 盐酸 (2.3.2) 调至酸性, 加水至 100 ml 备用。

2.3.6 20% 柠檬酸铵溶液: 取柠檬酸铵 50 g, 溶于 100 ml 水中, 加 2 滴酚红指示液, 加 (1+1) 氨水 (2.3.2) 调至 pH 8.5~9.0, 用双硫腙氯仿溶液提取数次, 每次 10~20 ml, 直至氯仿层绿色不变为止。水层再用氯仿萃取数次至氯仿无色为止。弃除氯仿层, 水层加水稀释至 250 ml。

2.3.7 10% 氰化钾溶液 (注意有剧毒): 如试剂含铅需纯化时, 应先将 10 g 氰化钾溶于 20 ml 水中, 以下按 2.3.6 所述方法纯化后再稀释至 100 ml。

2.3.8 氯仿：不应含氧化物。

2.3.9 双硫腙贮备液：0.1%氯仿溶液，保存在冷暗处。必要时按下述方法纯化：称取0.5 g研细的双硫腙，溶于50 ml氯仿中，如不全溶，可用滤纸滤过于250 ml分液漏斗中，用1:99氨水提取三次，每次100 ml，合并提取液，再用10 ml氯仿洗氨水溶液二次，用6 N盐酸调至酸性，将沉淀出的双硫腙用氯仿提取2~3次，每次100 ml，合并氯仿层，加氯仿至总体积为500 ml。

2.3.10 双硫腙应用液：0.001%氯仿溶液。

2.3.11 硝酸（1%）。

2.3.12 无铅脱脂棉：医用脱脂棉，必要时用双硫腙氯仿液去除铅。

2.3.13 铅标准溶液：同1.3.7。

2.4 仪器

2.4.1 分液漏斗：125 ml，预先用稀酸浸泡，并经去离子水洗。

2.4.2 分光光度计。

2.5 分析步骤

2.5.1 样品预处理

2.5.1.1 湿式消解法同1.5.1.1。

2.5.1.2 干式消解法同1.5.1.2。

2.5.2 测定

取适量已按2.5.1处理的样液，于125 ml分液漏斗中，加水至总体积为50 ml，另取0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 ml铅标准溶液（1.3.7.3）分别置于125 ml分液漏斗中，各补加1%硝酸溶液（2.3.11），至总体积为50 ml。然后向样品溶液、试剂空白及铅标准溶液中各加2 ml 20%柠檬酸铵溶液（2.3.6）、1 ml 盐酸羟胺溶液（2.3.5）、2滴酚红指示液（2.3.4），用氨水（2.3.2）调节至红色出现，然后向各分液漏斗中加入2 ml 10%氰化钾溶液（2.3.7），混匀。准确加入5 ml双硫腙应用液（2.3.10），剧烈振摇提取1 min，静置分层，在分液漏斗下颈部塞入少许无铅脱脂棉（2.3.12），然后将氯仿层滤入比色杯中，以氯仿调零，在波长510 nm下测定吸光度，并绘制标准曲线。

2.6 分析结果的计算

按式（2）计算铅浓度：

$$\text{Pb (ppm)} = \frac{(m_1 - m_0) \times V}{m \times V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_1 ——从标准曲线查得样液的铅含量， μg ；

m_0 ——从标准曲线查得的试剂空白的铅含量， μg ；

m ——样品质量， g ；

V ——样液总体积， ml ；

V_1 ——测定时样液取用量， ml 。

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生化学标准检验方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人郑星泉、沈文、王鹏、刘桂兰、陈辰。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品卫生化学标准检验方法 甲 醇

UDC 668.58:543

.062

GB 7917.4—87

Standard method of hygienic test for cosmetics
Methanol

本标准适用于含乙醇的化妆品中甲醇含量的测定。

1 方法提要

试样直接或经蒸馏后，以气相色谱法进行测试和定量。

2 样品采集

见 GB 7917.1—87《化妆品卫生化学标准检验方法 汞》第 2 章。

3 试剂

3.1 甲醇 (99.5%)：分析纯。

3.2 无甲醇乙醇：取 1.0 μ l 注入色谱仪，应无杂峰出现。

3.3 GDX-102 (60~80 目)：气相色谱试剂。

3.4 甲醇标准溶液：取甲醇 2.5 ml，置于预先注入 95 ml 水的 100 ml 容量瓶中，然后加水至刻度，混匀备用。此溶液为 2.5% 甲醇溶液。

3.5 氯化钠：分析纯。

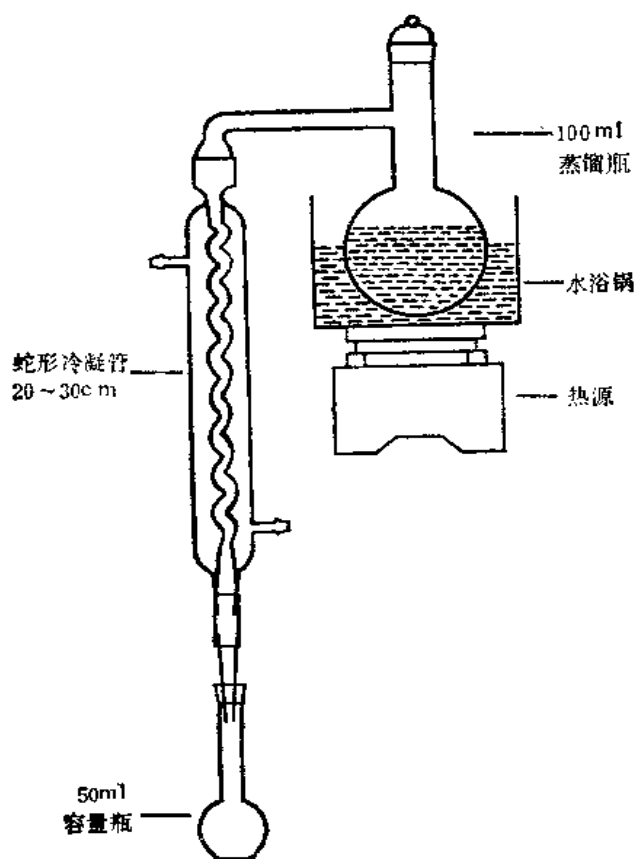
3.6 消泡剂：乳化硅油。如 284 PS，上海树脂厂出品。

4 仪器

4.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

4.2 色谱柱：玻璃柱或不锈钢柱，规格 2 m \times \varnothing 4 mm，内填充 GDX-102 (60~80 目) 担体。

4.3 全玻璃磨口水蒸馏装置：如图。



4.4 微量进样器：0.5 μ l 或 1 μ l。

5 分析步骤

5.1 启动色谱仪，进行必要的调节，以达到仪器最佳工作条件。

色谱条件依具体情况选择，参考条件为：

气化温度：190°C。

检测器温度：180°C。

柱温：170°C。

氮气流速：40 ml/min。

氢气流速：40 ml/min。

空气流速：500 ml/min。

进样量：1 μ l。

5.2 样品预处理：液体或低粘度样品，且甲醇含量较高时，可取 10 ml 试样，加无甲醇乙醇（3.2）至总体积为 50 ml，必要时可过滤，作为样液备用。甲醇含量低的花露水等，也可不经稀释直接测定。样品粘度较大，无法直接测定，可以取 10 g 试样，

置于蒸馏瓶中(如图),加50 ml 水、2 g 氯化钠(3.5)、必要时加1滴消泡剂(3.6),再加30 ml 无甲醇乙醇(3.2),在沸水浴中蒸馏,收集约40 ml 蒸馏液于50 ml 容量瓶中,冷至室温后,加无甲醇乙醇(3.2)至刻度,作为样液。

5.3 测定

取50 ml 容量瓶四只,分别注入1.00、2.00、3.00、4.00 ml 甲醇标准溶液(3.4),然后分别加入无甲醇乙醇30 ml,并分别加水至刻度,此标准序列含甲醇为:0.05%、0.10%、0.15%、0.20%。

依次从各容量瓶取1 μ l 标准注入气相色谱仪,记下各次色谱面积,并绘制峰面积-甲醇浓度(V/V)曲线。

取5.2制备的样液1 μ l,注入气相色谱仪,记录色谱峰面积,并从标准曲线查出对应的甲醇浓度。

6 分析结果的计算

按下式计算甲醇浓度:

$$\text{甲醇}(\%, V/V) = \frac{P}{K}$$

式中: P ——从标准曲线上查得样液甲醇浓度, %;

K ——样品稀释系数,如按本方法稀释系数为 $\frac{10}{50}$ 。样品经蒸馏处理时,也视稀释系数为 $\frac{10}{50}$ 。

附加说明:

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品卫生化学标准检验方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人沈文、郑星泉、陈辰。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品微生物标准检验方法

总 则

Standard methods of microbiological
examination for cosmetics
General rules

UDC 668.58:576
.85.07

GB 7918.1—87

1 样品的采集及注意事项

1.1 所采集的样品,应具有代表性,一般视每批化妆品数量大小,随机抽取相应数量的包装单位。检验时,应分别从两个包装单位以上的样品中共取 10 g 或 10 ml。包装量小的样品,取样量可酌减。

1.2 供检样品,应严格保持原有的包装状态。容器不应有破裂,在检验前不得启开,以防再污染。

1.3 接到样品后,应立即登记,编写检验序号,并按检验要求尽快检验。如不能及时检验,样品应放在室温阴凉干燥处,不要冷藏或冷冻。

1.4 若只有一个样品而同时需做多种分析,如细菌、毒理、化学等,则宜先取出部分样品作细菌检验,再将剩余样品作其他分析。

1.5 在检验过程中,从开封到全部检验操作结束,均须防止微生物的再污染和扩散,所用器皿及材料均应事先灭菌,全部操作应在无菌室内进行。或在相应条件下,按无菌操作规定进行。

1.6 如检出粪大肠菌群或其他致病菌,自报告发出起该菌种及被检样品应保存一个月备查。

2 供检样品的制备

2.1 培养基和试剂

2.1.1 生理盐水

氯化钠	8.5 g
蒸馏水	1000 ml

溶解后,分装到加玻璃珠的锥形瓶内,每瓶 90 ml,121℃ (15 lb) 20 min 高压灭菌。

2.1.2 SCDLP 液体培养基

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

成分: 酪蛋白胨	17 g
大豆蛋白胨	3 g
氯化钠	5 g
磷酸氢二钾	2.5 g
葡萄糖	2.5 g
卵磷脂	1 g
吐温 80	7 g
蒸馏水	1000 ml

制法: 将上述成分混合后, 加热溶解, 调 pH 为 7.2~7.3 分装, 121℃ (15 lb) 20 min 高压灭菌。注意振荡, 使沉淀于底层的吐温 80 充分混合, 冷却至 25℃ 左右使用。

注: 如无酪蛋白胨和大豆蛋白胨, 也可用日本多肽代替。

2.1.3 灭菌液体石蜡。

2.1.4 灭菌吐温 80。

2.2 仪器

2.2.1 天平。

2.2.2 灭菌锥形瓶: 内含玻璃珠及 90 ml 稀释液。

2.2.3 灭菌刻度吸管: 10 ml、5 ml。

2.2.4 水浴箱。

2.2.5 灭菌研钵及灭菌研棒。

2.2.6 均质器。

2.3 不同类型样品的检样制备

2.3.1 液体样品

2.3.1.1 水溶性的液体样品, 可量取 10 ml 加到 90 ml 灭菌生理盐水中, 如样品少于 10 ml。仍按 10 倍稀释法进行。如为 5 ml 则加 45 ml 灭菌生理盐水, 混匀后, 制成 1:10 稀释液。

2.3.1.2 油性液体。取样品 10 ml, 先加 5 ml 灭菌液体石蜡混匀, 再加 10 ml 灭菌的吐温 80, 在 40~44℃ 水浴中振荡混合 10 min, 加入灭菌的生理盐水 75 ml (在 40~44℃ 水浴中预温), 在 40~44℃ 水浴中乳化, 制成 1:10 的悬液。

2.3.2 膏、霜、乳剂半固体状样品

2.3.2.1 亲水性的样品, 称取 10 g, 加到灭菌的带玻璃珠加有 90 ml 灭菌生理盐水的锥形瓶中, 充分振荡混匀, 放 32℃ 水浴静置 15 min。用其上清液作为 1:10 的稀释液。

2.3.2.2 疏水性的样品, 称取 10 g, 放到灭菌的研钵中, 加 10 ml 灭菌液体石蜡, 研磨成粘稠状, 再加 10 ml 灭菌吐温 80, 研磨待溶解后, 加 70 ml 灭菌生理盐水, 在 40~44℃ 水浴中充分混合, 制成 1:10 稀释液。

2.3.2.3 固体样品, 称取 10 g, 加到灭菌的生理盐水稀释瓶中, 振荡混匀, 使其分

散混悬后，放 30~32℃ 水浴中，15 min 后取出，充分振荡混合，再放到 30~32℃ 水浴中静置 15 min，取上清液作为 1:10 的稀释液。

如有均质器，上述水溶性膏、霜、粉剂等，可称 10 g 样品加 90 ml 灭菌生理盐水，均质 1~2 min；疏水性膏、霜及眉笔、口红等，称 10 g 样品加 90 ml SCDLP 液体培养基，或 1 g 样品加 1 ml 灭菌液体石蜡、1 ml 灭菌吐温 80、7 ml 灭菌生理盐水，均质 3~5 min。

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品微生物标准检验方法”起草小组起草。

本标准主要起草人周淑玉。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定

UDC 688.58:576
.05.07

GB 7918.2—87

Standard methods of microbiological
examination for cosmetics
Standard plate count

细菌总数系指 1 g 或 1 ml 化妆品中所含的活菌数量。测定细菌总数可用来判明化妆品被细菌污染的程度，以及生产单位所用的原料、工具设备、工艺流程、操作者的卫生状况，是对化妆品进行卫生学评价的综合依据。

本标准采用标准平板计数法。

1 方法提要

化妆品中污染的细菌种类不同，每种细菌都有它一定的生理特性，培养时对营养要求，培养温度、培养时间、pH 值、需氧性质等均有所不同。在实际工作中，不可能做到满足所有菌的要求，因此所测定的结果，只包括在本方法所使用的条件下（在卵磷脂、吐温 80 营养琼脂上，于 37℃ 培养 48 h）生长的一群嗜中温的需氧及兼性厌氧的细菌总数。

2 培养基和试剂

2.1 生理盐水：见 GB 7918.1—87《化妆品微生物标准检验方法 总则》。

2.2 卵磷脂、吐温 80—营养琼脂培养基

成分：蛋白胨	20 g
牛肉膏	3 g
氯化钠	5 g
琼脂	15 g
卵磷脂	1 g
吐温 80	7 g
蒸馏水	1000 ml

制法：先将卵磷脂加到少量蒸馏水中，加热溶解，加入吐温 80 将其他成分（除琼脂外）加到其余的蒸馏水中，溶解。加入已溶解的卵磷脂、吐温 80，混匀，调 pH 值为 7.1~7.4，加入琼脂，121℃ (15 lb) 20 min 高压灭菌，储存于冷暗处备用。

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

3 仪器

- 3.1 锥形烧瓶。
- 3.2 量筒。
- 3.3 pH 计或精密 pH 试纸。
- 3.4 高压消毒锅。
- 3.5 试管。
- 3.6 灭菌平皿：直径 9 cm。
- 3.7 灭菌刻度吸管：10 ml、2 ml、1 ml。
- 3.8 酒精灯。
- 3.9 恒温培养箱。
- 3.10 放大镜。

4 操作步骤

4.1 用灭菌吸管吸取 1:10 稀释的检样 2 ml，分别注入到两个灭菌平皿内，每皿 1 ml。另取 1 ml 注入到 9 ml 灭菌生理盐水试管中（注意勿使吸管接触液面），更换一支吸管，并充分混匀，使成 1:100 稀释液。吸取 2 ml，分别注入到两个灭菌平皿内，每皿 1 ml。如样品含菌量高，还可再稀释成 1:1000，1:10000，……等，每种稀释度应换 1 支吸管。

4.2 将熔化并冷至 45~50℃ 的卵磷脂、吐温 80、营养琼脂培养基倾注平皿内，每皿约 15 ml，另倾注一个不加样品的灭菌空平皿，作空白对照。随即转动平皿，使样品与培养基充分混合均匀，待琼脂凝固后，翻转平皿，置 37℃ 培养箱内培养 48 h。

5 菌落计数方法

先用肉眼观察，点数菌落数，然后再用放大 5~10 倍的放大镜检查，以防遗漏。记下各平皿的菌落数后。求出同一稀释度各平皿生长的平均菌落数。若平皿中有连成片状的菌落或花点样菌落蔓延生长时，该平皿不宜计数。若片状菌落不到平皿中的一半，而其余一半中菌落数分布又很均匀，则可将此半个平皿菌落计数后乘 2，以代表全皿菌落数。

6 菌落计数及报告方法

6.1 首先选取平均菌落数在 30~300 之间的平皿，作为菌落总数测定的范围。当只有一个稀释度的平均菌落数符合此范围时，即以该平皿菌落数乘其稀释倍数（见表中例 1）。

6.2 若有两个稀释度，其平均菌落数均在 30~300 个之间，则应求出两者菌落总数之比值来决定。若其比值小于或等于 2，应报告其平均数，若大于 2 则报告其中较小的

菌落数（见表中例 2 及例 3）。

6.3 若所有稀释度的平均菌落数均大于 300 个，则应按稀释度最高的平均菌落数乘以稀释倍数报告之（见表中例 4）。

6.4 若所有稀释度的平均菌落数均少于 30 个，则应按稀释度最低的平均菌落数乘以稀释倍数报告之（见表中例 5）。

6.5 若所有稀释度的平均菌落数均不在 30~300 个之间，其中一个稀释度大于 300 个，而相邻的另一稀释度小于 30 个时，则以接近 30 或 300 的平均菌落数乘以稀释倍数报告之（见表中例 6）。

6.6 若所有的稀释度均无菌生长，报告数为每克或每毫升小于 10 个。

6.7 菌落计数的报告，菌落数在 10 以内时，按实有数值报告之，大于 100 时，采用二位有效数字，在二位有效数字后面的数值，应以四舍五入法计算。为了缩短数字后面零的个数，可用 10 的指数来表示（见下表报告方式栏）。在报告菌落数为“不可计”时，应注明样品的稀释度。

细菌计数结果及报告方法

例次	不同稀释度的平均菌落数			两稀释度 菌数之比	菌落总数 个/g 或个/ml	报告方式 个/g 或个/ml
	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}			
1	1365	164	20	—	16400	16000 或 1.6×10^4
2	2760	295	46	1.6	38000	38000 或 3.8×10^4
3	2890	271	60	2.2	27100	27000 或 2.7×10^4
4	不可计	4650	513	—	513000	510000 或 5.1×10^5
5	27	11	5	—	270	270 或 2.7×10^2
6	不可计	305	12	—	30500	31000 或 3.1×10^4

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品微生物标准检验方法”起草小组起草。

本标准主要起草人周淑玉。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品微生物标准检验方法 粪 大 肠 菌 群

Standard methods of microbiological
examination for cosmetics
Fecal coliforms

UDC 668.58:576
.85.07

GB 7918.3—87

粪大肠菌群细菌来源于人和温血动物的粪便。检出粪大肠菌群表明该化妆品已被粪便污染，有可能存在其他肠道致病菌或寄生虫等病原体的危险。因此粪大肠菌被列为重要的卫生指标菌。

1 方法提要

根据粪大肠菌群所具有的生物特性，如革兰氏阴性无芽胞杆菌在 44℃ 培养 24~48 h 能发酵乳糖产酸并产气，能在选择性培养基上产生典型菌落，能分解色氨酸产生靛基质。

2 培养基和试剂

2.1 乳糖胆盐培养基

成分：蛋白胨	20 g
猪胆盐	5 g
乳糖	5 g
0.4% 溴甲酚紫水溶液	2.5 ml
蒸馏水	1000 ml

制法：将蛋白胨、胆盐及乳糖溶于蒸馏水中，调 pH 到 7.4，加入指示剂，混匀，分装试管（每支试管中加一个小倒管）。115℃ (10 lb) 20 min 灭菌。

2.2 双倍浓度乳糖胆盐培养基

按上述乳糖胆盐培养基成分，蒸馏水量不变，其他分量加倍。

2.3 伊红美蓝 (EMB) 琼脂

成分：蛋白胨	10 g
乳糖	10 g
磷酸氢二钾	2 g
琼脂	20 g

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

2%伊红水溶液	20 ml
0.5%美蓝水溶液	13 ml
蒸馏水	1000 ml

制法：先将琼脂加到 900 ml 蒸馏水中，加热溶解，然后加入磷酸氢二钾蛋白胨，混匀，使之溶解。再以蒸馏水补足至 1000 ml。校正 pH 值为 7.2~7.4，分装于烧瓶内，121℃ (15 lb) 15 min 高压灭菌备用。临用时加入乳糖并加热融化琼脂。冷至 60℃ 左右以无菌手续加入灭菌的伊红美蓝溶液，摇匀。倾注平皿备用。

2.4 蛋白胨水（作靛基质试验用）

成分：蛋白胨（或胰蛋白胨）	20 g
氯化钠	5 g
蒸馏水	1000 ml

制法：将上述成分加热融化，调 pH 值为 7.0~7.2，分装小试管，高压灭菌 121℃ (15 lb) 15 min。

2.5 靛基质试剂

柯凡克试剂：将 5 g 对二甲氨基苯甲醛溶解于 75 ml 戊醇中，然后缓慢加入浓盐酸 25 ml。

试验方法：接种细菌于蛋白胨水中，于 44℃ 培养 24 h。沿管壁加柯凡克试剂 0.3~0.5 ml，轻摇试管。阳性者于试剂层显深玫瑰红色。

注：蛋白胨应含有丰富的色氨酸，每批蛋白胨买来后，应先用已知菌种鉴定后方可使用。

2.6 革兰氏染色法

2.6.1 染液制备

2.6.1.1 结晶紫染色液：

结晶紫	1 g
95%酒精	20 ml
1%草酸铵水溶液	80 ml

将结晶紫溶于酒精中，然后与草酸铵溶液混合。

2.6.1.2 革兰氏碘液：

碘	1 g
碘化钾	2 g
蒸馏水	300 ml

将碘与碘化钾先进行混合，加入蒸馏水少许，充分振摇，待完全溶解后，再加蒸馏水至 300 ml。

2.6.1.3 脱色液：95%乙醇。

2.6.1.4 复染液：

a. 沙黄复染液：

沙黄	0.25 g
----	--------

95%酒精 10 ml

蒸馏水 90 ml

将沙黄溶解于酒精中，然后用蒸馏水稀释。

b. 稀石碳酸复红液：称取碱性复红 10 g，研细，加 95%乙醇 100 ml，放置过夜，滤纸过滤，取该液 10 ml，加 5%石碳酸水溶液 90 ml 混合，即为石碳酸复红液。再取此液 10 ml 加水 90 ml，即为稀石碳酸复红液。

2.6.2 染色法

2.6.2.1 将涂片在火焰上固定，滴加结晶紫染色液，染 1 min，水洗。

2.6.2.2 滴加革兰氏碘液，作用 1 min，水洗。

2.6.2.3 滴加 95%酒精脱色，约 30 s；或将酒精滴满整个涂片，立即倾去，再用酒精滴满整个涂片，脱色 10 s，水洗。

2.6.2.4 滴加复染液，复染 1 min，水洗，待干，镜检。

2.6.3 染色结果

革兰氏阳性菌呈紫色，革兰氏阴性菌呈红色。

注：如用 1:10 稀释石碳酸复红染色液作复染液，复染时间仅需 10 s。

3 仪器

3.1 恒温水浴或隔水式恒温箱：44℃。

3.2 温度计。

3.3 显微镜。

3.4 载玻片。

3.5 接种环。

3.6 电炉。

3.7 锥形瓶。

3.8 试管。

3.9 小倒管。

3.10 pH 计或 pH 试纸。

3.11 高压消毒锅。

3.12 灭茵吸管。

3.13 灭茵平皿。

4 操作步骤

4.1 取 10 ml 1:10 稀释的样品，加到 10 ml 双倍浓度的乳糖胆盐培养基中，置 44℃ 培养箱中培养 24~48 h，如不产酸也不产气，则报告为粪大肠菌群阴性。

4.2 如产酸产气，划线接种到伊红美蓝琼脂平板上，置 37℃ 培养 18~24 h。同时取该培养液 1~2 滴接种到蛋白胨水中，置 44℃ 培养 24 h。

经培养后，在上述平板上观察有无典型菌落生长。大肠菌群在伊红美蓝琼脂培养基上的典型菌落呈深紫黑色，圆形，边缘整齐，表面光滑湿润，常具有金属光泽。也有的呈紫黑色，不带或略带金属光泽，或粉紫色，中心较深的菌落。亦常为大肠菌群，均应注意挑选。

4.3 挑取上述可疑菌落，涂片作革兰氏染色镜检。

4.4 在蛋白胨水培养液中，加入靛基质试剂约 0.5 ml，观察靛基质反应。阳性者液面呈玫瑰红色；阴性反应液面呈试剂本色。

5 检验结果报告

平板上有典型菌落，并经证实为革兰氏阴性短杆菌，靛基质试验阳性，则可报告被检样品中检出粪大肠菌群。

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品微生物标准检验方法”起草小组起草。

本标准主要起草人周淑玉。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品微生物标准检验方法 绿 脓 杆 菌

Standard methods of microbiological
examination for cosmetics
Pseudomonas aeruginosa

UDC 668.58:576
.85.07

GB 7918.4—78

绿脓杆菌在自然界分布甚广，空气、水、土壤中均有存在。对人有致病力，常引起人皮肤化脓感染，特别是烧伤、烫伤、眼部疾病患者被感染后，常使病情恶化，并可引起败血症，因此，在化妆品卫生标准中规定不得检出绿脓杆菌。

1 方法提要

根据本菌生物学特征：革兰氏阴性杆菌，氧化酶阳性，能产生绿脓菌素。此外还能液化明胶，还原硝酸盐为亚硝酸盐，在 42℃ 条件下生长等，可与类似菌相区别。

2 培养基和试剂

2.1 SCDLP 液体培养基

见 GB 7918.1—87《化妆品微生物标准检验方法 总则》。

2.2 十六烷三甲基溴化铵培养基

成分：牛肉膏	3 g
蛋白胨	10 g
氯化钠	5 g
十六烷三甲基溴化铵	0.3 g
琼脂	20 g
蒸馏水	1000 ml

制法：除琼脂外，将上述成分混合加热溶解，调 pH 为 7.4~7.6，加入琼脂，115℃ (10 lb) 20 min 灭菌后，制成平板备用。

2.3 乙酰胺培养基

成分：乙酰胺	10.0 g
氯化钠	5.0 g
无水磷酸氢二钾	1.39 g
无水磷酸二氢钾	0.73 g

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	0.5 g
酚红	0.012 g
琼脂	20 g
蒸馏水	1000 ml

制法：除琼脂和酚红外，将其他成分加到蒸馏水中，加热溶解，调 pH 为 7.2，加入琼脂、酚红， 121°C (15 lb) 20 min 高压灭菌后，制成平板备用。

2.4 绿脓菌色素测定用培养基

成分：蛋白胨	20 g
氯化镁	1.4 g
硫酸钾	10 g
琼脂	18 g
甘油(化学纯)	10 g
蒸馏水	1000 ml

制法：将蛋白胨、氯化镁和硫酸钾加到蒸馏水中，加温使溶解，调 pH 至 7.4，加入琼脂和甘油，加热溶解，分装于试管内， 115°C (10 lb) 20 min 高压灭菌后，制成斜面备用。

2.5 明胶培养基

成分：牛肉膏	3 g
蛋白胨	5 g
明胶	120 g
蒸馏水	1000 ml

制法：取各成分加在蒸馏水中浸泡 20 min，随时搅拌加温使溶解，调 pH 至 7.4，分装于试管内，经 115°C (10 lb) 20 min 灭菌后，直立制成高层备用。

2.6 硝酸盐蛋白胨水培养基

成分：蛋白胨	10 g
酵母浸膏	3 g
硝酸钾	2 g
亚硝酸钠	0.5 g
蒸馏水	1000 ml

制法：将蛋白胨和酵母浸膏加到蒸馏水中，加温使溶解，调 pH 为 7.2，煮沸过滤后补足液量，加入硝酸钾和亚硝酸钠，溶解混匀，分装到加有小倒管的试管中， 115°C (10 lb) 20 min 灭菌后备用。

2.7 普通琼脂斜面培养基

成分：蛋白胨	10 g
牛肉膏	3 g
氯化钠	5 g

琼脂	15 g
蒸馏水	1000 ml

制法：除琼脂外，将其余成分溶解于蒸馏水中，调 pH 为 7.2~7.4，加入琼脂，加热溶解，分装试管，121℃ (15 lb) 15 min 高压灭菌后，制成斜面备用。

3 仪器

- 3.1 培养箱：37℃、42℃。
- 3.2 锥形烧瓶。
- 3.3 试管。
- 3.4 灭菌平皿。
- 3.5 灭菌刻度吸管。
- 3.6 显微镜。
- 3.7 载玻片。
- 3.8 接种针、接种环。
- 3.9 电炉。
- 3.10 高压消毒锅。

4 操作步骤

4.1 增菌培养：取 1:10 样品稀释液 10 ml 加到 90 ml SCDLP 液体培养基中，置 37℃ 培养 18~24 h。如有绿脓杆菌生长，培养液表面多有一层薄菌膜，培养液常呈黄绿色或蓝绿色。

注：如无 SCDLP 液体培养基时，可用普通肉汤培养基。检验含防腐剂的化妆品时，在每 1000 ml 普通肉汤中加 1 g 卵磷脂，7 g 吐温 80。

4.2 分离培养：从培养液的薄菌膜处挑取培养物，划线接种在十六烷三甲基溴化铵琼脂平板上，置 37℃ 培养 18~24 h。凡绿脓杆菌在此培养基上，其菌落扁平无定型，向周边扩散或略有蔓延，表面湿润，菌落呈灰白色，菌落周围培养基常扩散有水溶性色素，此培养基选择性强，大肠艾希氏菌不能生长，革兰氏阳性菌生长较差。

在缺乏十六烷三甲基溴化铵琼脂时也可用乙酰胺培养基进行分离，将菌液划线接种于平皿中，放 37℃ 培养 24 h，绿脓杆菌在此培养基上生长良好，菌落扁平，边缘不整，菌落周围培养基略带粉红色，其他菌不生长。

4.3 染色镜检：挑取可疑的菌落，涂片，革兰氏染色，镜检为革兰氏阴性者应进行氧化酶试验。

4.4 氧化酶试验：取一小块洁净的白色滤纸片放在灭菌平皿内，用无菌玻璃棒挑取绿脓杆菌可疑菌落涂在滤纸片上，然后在其上滴加一滴新配制的 1% 二甲基对苯二胺试液，在 15~30 s 之内，出现粉红色或紫红色时，为氧化酶试验阳性，若培养物不变色，氧化酶试验阴性。

4.5 绿脓菌素试验：取可疑菌落 2~3 个，分别接种在绿脓菌素测定用培养基上，置 37℃ 培养 24 h，加入氯仿 3~5 ml，充分振荡使培养物中的绿脓菌素溶解于氯仿液内，待氯仿提取液呈蓝色时，用吸管将氯仿移到另一试管中并加入 1 N 的盐酸 1 ml 左右，振荡后，静置片刻。如上层盐酸液内出现粉红色到紫红色时为阳性，表示被检物中有绿脓菌素存在。

4.6 硝酸盐还原产气试验：挑取被检的纯培养物，接种在硝酸盐胨水培养基中，置 37℃ 培养 24 h，观察结果。凡在硝酸盐胨水培养基内的小倒管中有气体者，即为阳性，表明该菌能还原硝酸盐，并将亚硝酸盐分解产生氮气。

4.7 明胶液化试验：取绿脓杆菌可疑菌落的纯培养物，穿刺接种在明胶培养基内，置 37℃ 培养 24 h，取出放冰箱 10~30 min，如仍呈溶解状时即为明胶液化试验阳性，如凝固不溶者为阴性。

4.8 42℃ 生长试验：挑取纯培养物，接种在普通琼脂斜面培养基上，放在 41~42℃ 培养箱中，培养 24~48 h，绿脓杆菌能生长，为阳性，而近似的荧光假单胞菌则不能生长。

5 检验结果报告

被检样品经增菌分离培养后，经证实为革兰氏阴性杆菌，氧化酶及绿脓菌素试验皆为阳性者，即可报告被检样品中检出有绿脓杆菌。如绿脓菌素试验阴性而液化明胶、硝酸盐还原产气和 42℃ 生长试验三者皆为阳性时，仍可报告被检样品中有绿脓杆菌。

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品微生物标准检验方法”起草小组起草。

本标准主要起草人周淑玉。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

Standard methods of microbiological
examination for cosmetics
Staphylococcus aureus

UDC 668.58:576
.85.07

GB 7918.5—87

金黄色葡萄球菌在外界分布较广，抵抗力也较强，能引起人体局部化脓性病灶，严重时可导致败血症，因此化妆品中检验金黄色葡萄球菌有重要意义。

1 方法提要

根据本菌特有的形态及培养特性，应用 Baird Parker 平板进行分离，该平板中的氯化锂可抑制革兰氏阴性细菌生长，丙酮酸钠可刺激金黄色葡萄球菌生长，以提高检出率，并利用分解甘露醇和血浆凝固酶等特征，以兹鉴别。

2 培养基和试剂

2.1 培养基

2.1.1 SCDLP 液体培养基

见 GB 7918.1—87《化妆品微生物标准检验方法 总则》。

2.1.2 7.5%的氯化钠肉汤

成分：蛋白胨	10 g
牛肉膏	3 g
氯化钠	75 g
蒸馏水	1000 ml

制法：将上述成分加热溶解，调 pH 为 7.4，分装，121℃ (15 lb) 15 min 高压灭菌。

2.1.3 Baird Parker 平板

成分：胰蛋白胨	10 g
牛肉膏	5 g
酵母浸膏	1 g
丙酮酸钠	10 g
甘氨酸	12 g
氯化锂 (LiCl·6 H ₂ O)	5 g

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

琼脂	20 g
蒸馏水	950 ml
	pH 7.0±0.2

增菌剂的配制：30%卵黄盐水 50 ml 与除菌过滤的 1%亚碲酸钾溶液 10 ml 混合，保存于冰箱内。

制法：将各成分加到蒸馏水中，加热煮沸完全溶解，冷至 25℃校正 pH。分装每瓶 95 ml，121℃高压灭菌 15 min。临用时加热溶化琼脂，每 95 ml 加入预热至 50℃的卵黄亚碲酸钾增菌剂 5 ml，摇匀后倾注平板。培养基应是致密不透明的。使用前在冰箱储存不得超过 48 h。

2.1.4 血琼脂培养基

成分：营养琼脂	100 ml
脱纤维羊血(或兔血)	10 ml

制法：将营养琼脂加热溶化，待冷至 50℃左右以无菌手续加入脱纤维羊血，摇匀，制成平板，置冰箱内备用。

2.1.5 甘露醇发酵培养基

成分：蛋白胨	10 g
氯化钠	5 g
甘露醇	10 g
牛肉膏	5 g
0.2%溴麝香草酚蓝溶液	12 ml
蒸馏水	1000 ml

制法：将蛋白胨、氯化钠、牛肉膏加到蒸馏水中，加热溶解，调 pH 7.4，加入甘露醇和指示剂，混匀后分装试管中，115℃(10 lb)20 min 灭菌备用。

2.1.6 兔(人)血浆制备

取 3.8%柠檬酸钠溶液[121℃(15 lb)30 min 灭菌]1 份加兔(人)全血 4 份，混匀静置，2000~3000 r/min 离心 3~5 min。血球下沉，取上面血浆。

3 设备和材料

- 3.1 显微镜。
- 3.2 培养箱。
- 3.3 离心机。
- 3.4 灭菌吸管：1 ml，5 ml，10 ml。
- 3.5 灭菌试管。
- 3.6 载玻片。
- 3.7 酒精灯。

4 操作步骤

4.1 增菌：取 1:10 稀释的样品 10 ml 接种到 90 ml SCDLP 液体培养基中（如无此培养基也可用 7.5% 氯化钠肉汤），置 37℃ 培养箱，培养 24 h。

注：如无此培养基也可用 7.5% 氯化钠肉汤，检验含防腐剂的化妆品时，可在 1000 ml 此培养基中加 1 g 卵磷脂、7 g 吐温 80。

4.2 分离：自上述增菌培养液中，取 1~2 接种环，划线接种在 Baird Parker 氏培养基，如无此培养基也可划线接种到血琼脂平板，置 37℃ 培养 24~48 h。在血琼脂平板上菌落呈金黄色，大而突起，圆形，不透明，表面光滑，周围有溶血圈。在 Baird Parker 氏培养基上为圆形，光滑，凸起，湿润，直径为 2~3 mm，颜色呈灰色到黑色，边缘为淡色，周围为一混浊带，在其外层有一透明带。用接种针接触菌落似有奶油树胶的软度。偶尔会遇到非脂肪溶解的类似菌落，但无混浊带及透明带。挑取单个菌落分纯在血琼脂平板上，置 37℃ 培养 24 h。

4.3 染色镜检：挑取分纯菌落，涂片，进行革兰氏染色，镜检。金黄色葡萄球菌为革兰氏阳性菌，排列成葡萄状，无芽胞，无夹膜，致病性葡萄球菌，菌体较小，直径约为 0.5~1 μm。

4.4 甘露醇发酵试验：取上述分纯菌落接种到甘露醇发酵培养基中，置 37℃ 培养 24 h，金黄色葡萄球菌应能发酵甘露醇产酸。

4.5 血浆凝固酶试验

4.5.1 玻片法：取清洁干燥载玻片，一端滴加一滴灭菌生理盐水，另一端滴加一滴血浆，用接种环挑取待检菌落，分别在生理盐水及血浆中充分研磨混合。血浆与菌苔混悬液在 5 min 内出现团块或颗粒状凝块时，而盐水滴仍呈均匀混浊无凝固现象者为阳性，如两者均无凝固现象则为阴性。凡玻片试验呈阴性反应或盐水滴与血浆滴均有凝固现象，再进行试管凝固酶试验。

4.5.2 试管法：吸取 1:4 新鲜血浆 0.5 ml，放入灭菌小试管中，再加入待检菌 24 h 肉汤培养物 0.5 ml。混匀，放 37℃ 温箱或水浴中，每半小时观察一次，24 h 之内如呈现凝块即为阳性。同时以已知血浆凝固酶阳性和阴性菌株肉汤培养物及肉汤培养基各 0.5 ml，分别加入灭菌小试管内 0.5 ml 1:4 血浆混匀，做为对照。

5 检验结果报告

凡在上述选择平板上有可疑菌落生长，经染色镜检，证明为革兰氏阳性葡萄球菌，并能发酵甘露醇产酸。血浆凝固酶试验阳性者，可报告被检样品检出金黄色葡萄球菌。

附加说明：

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品微生物标准检验方法”起草小组起草。

本标准主要起草人刘以贤。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

化妆品安全性评价程序和方法

Procedures and methods of safety
evaluation for cosmetics

UDC 668.58
.001.4

GB 7919—87

1 目的

为向广大消费者提供符合卫生要求的化妆品,防止化妆品对人体产生近期和远期危害,特制定本程序和方法。

2 适用范围

本程序和方法适用于在我国生产和销售的一切化妆品原料和化妆品产品。

3 化妆品安全性评价程序

3.1 第一阶段 急性毒性和动物皮肤、粘膜试验

3.1.1 急性毒性试验

3.1.1.1 急性皮肤毒性试验。

3.1.1.2 急性经口毒性试验。

3.1.2 动物皮肤、粘膜试验

3.1.2.1 皮肤刺激试验。

3.1.2.2 眼刺激试验。

3.1.2.3 皮肤变态反应试验。

3.1.2.4 皮肤光毒和光变态反应试验。

3.2 第二阶段 亚慢性毒性和致畸试验

3.2.1 亚慢性皮肤毒性试验。

3.2.2 亚慢性经口毒性试验。

3.2.3 致畸试验。

3.3 第三阶段 致突变、致癌短期生物筛选试验

3.3.1 鼠伤寒沙门氏菌回复突变试验(Ames 试验)。

3.3.2 体外哺乳动物细胞染色体畸变和 SCE 检测试验

3.3.3 哺乳动物骨髓细胞染色体畸变率检测试验。

3.3.4 动物骨髓细胞微核试验。

中华人民共和国卫生部 1987-05-28 批准

1987-10-01 实施

3.3.5 小鼠精子畸形检测试验。

3.4 第四阶段 慢性毒性和致癌试验

3.4.1 慢性毒性试验。

3.4.2 致癌试验。

3.5 第五阶段 人体激发斑贴试验和试用试验。

4 对化妆品原料和化妆品产品安全性评价的规定

4.1 凡属于化妆品新原料，必须进行五个阶段的试验。

4.2 凡属于含药物化妆品必须进行动物急性毒性试验，皮肤与粘膜试验和人体试验，但是根据化妆品所含成分的性质、使用方式和使用部位等因素，可分别选择其中几项甚至全部试验项目。

4.3 凡属于化妆品新产品必须进行动物急性毒性试验、皮肤与粘膜试验和人体试验，但是根据化妆品所含成分的性质、使用方式和使用部位等因素，可分别选择其中几项甚至全部试验项目。

4.4 凡进口化妆品应由进口单位提供安全性评价资料。

5 化妆品安全性评价试验方法

5.1 急性皮肤毒性试验

人体接触化妆品主要途径是皮肤。当评价化妆品及其成分对人体健康的可能危害时，进行皮肤毒性的研究是必不可少的。

5.1.1 目的：确定受试物能否经皮肤渗透和短期作用所产生的毒性反应 并为确定亚慢性试验提供实验依据。

5.1.2 定义：系指受试物涂敷皮肤一次剂量后所产生的不良反应。

剂量表示方法：以敷用受试物的质量(g、mg)或以实验动物平均单位体重敷用受试物的质量(mg/kg)来表示。

一次敷用受试物引起50%受试动物死亡的剂量，称之为半数致死量(LD₅₀)。LD₅₀值的单位为mg或g/kg体重。

5.1.3 动物的准备：选用两种性别成年大鼠、豚鼠或家兔均可。建议试验起始动物体重范围为大鼠200~300g，豚鼠350~450g，家兔2.0~3.0kg。

实验动物应在动物笼内观察3~5天，使其适应环境，并观察其健康状况。

正式给药前24h，将动物背部脊柱两侧毛发剪掉或剃掉，注意不要擦伤皮肤，因为损伤能改变皮肤的渗透性，受试物涂抹处，不应少于动物体表面积的10%。各类动物体表面积计算方法见附录A。

5.1.4 受试物的配制：若受试物是固体，应磨成细粉状，并用适量水或无毒无刺激性赋形剂混匀，以保证受试物与皮肤良好的接触。常用的赋形剂有橄榄油、羊毛脂、凡士林等。若受试物是液体，一般不必稀释。

5.1.5 剂量和分组：将两种性别的实验动物分别随机分为5~6组，若用赋形剂，需设赋形剂对照组。化学物质毒性的半数致死量(LD₅₀)计算方法见附录B。

机率单位-对数图解法，每组最好10只动物。各剂量组间要有适当的组距，以使各剂量组产生一系列的毒性反应或死亡率。最高剂量可达2000 mg/kg。

5.1.6 试验方法：将受试物均匀地涂敷于动物背部，并用油纸和两层纱布覆盖，再用无刺激性胶布或绷带加以固定，以防脱落和动物舔食受试物，共敷药24 h。试验结束后，可用温水或适当的溶剂清除残留的受试物。一般观察一周，若给药4天后仍有动物死亡时，仍需继续观察一周。

给药后注意观察动物的全身中毒表现和死亡情况，包括动物皮肤、毛发、眼睛和粘膜的变化，呼吸、循环、自主和中枢神经系统、四肢活动和行为方式等的变化，特别要注意观察震颤、惊厥、流涎、腹泻、嗜睡、昏迷等现象。

凡是试验过程中死亡的动物和/或有毒性反应的动物，均应进行尸检和肉眼观察。当肉眼可见病变时，还应进行病理组织学镜检。

5.1.7 结果评价：急性毒性分级标准详见附录C。

5.2 急性经口毒性试验

当化妆品成分的皮肤毒性低时，很难测得其经皮LD₅₀，为了解该化学物质与已知毒物的相对毒性，以及由于婴幼儿误服化妆品的可能，进行经口毒性试验也很必要。

5.2.1 定义：系指受试物一次经口饲予动物所引起的不良反应。剂量表示法同急性皮肤毒性试验。

5.2.2 动物的准备：分别选用两种性别的成年小鼠和/或大鼠。小鼠体重18~22 g，大鼠180~200 g，或选择其它敏感的动物。

实验前，一般禁食16 h左右，不限制饮水。

5.2.3 受试物溶液的配制：常用水或食用植物油为溶剂。若受试物不溶于水或油中，可用羧甲基纤维素、明胶、淀粉做成混悬液。给药最大体积，小鼠不超过0.4 ml/20 g体重，大鼠不超过1.0 ml/100 g体重。

5.2.4 剂量和分组：一般分为5~6个剂量组。每组动物数5~10只，根据所选LD₅₀计算方法而定。各剂量组间间距大小，随受试物的毒性作用带宽窄而异。通常以较大组距和较少量动物进行预试，找出其粗略致死剂量范围，然后再设计正式试验的剂量分组。

受试物最高剂量可达5000 mg/kg体重。

5.2.5 试验方法：正式试验时，将动物称量，并随机分组，然后用特制的灌胃针头将受试物一次给予动物。若估计受试物毒性很低，一次给药容积太大，可在24 h内分成2~3次给药，但合并作为一日剂量计算。

给药后，密切注意观察并记录动物的一般状态、中毒表现和死亡情况，并进行LD₅₀的计算，其方法见附录B。

5.2.6 结果评价

急性毒性分级标准详见附录C。

5.3 皮肤刺激试验

皮肤刺激是指皮肤接触受试物后产生的可逆性炎性症状。

5.3.1 试验方法的原则

5.3.1.1 受试物应以一次剂量或多次剂量涂(敷)于健康的无破损的皮肤上。

5.3.1.2 每种受试物至少要用 4 只健康成年动物(家兔或豚鼠)。

5.3.1.3 试验均采用自身对照。

5.3.1.4 受试物使用浓度, 一般情况下, 液态受试物采用原液或预计人应用的浓度。固态受试物则用水或合适赋形剂(如花生油、凡士林、羊毛脂等), 按 1:1 浓度调制。

5.3.1.5 凡具有高度皮肤毒性, 或 $\text{pH} < 2$ 或 $\text{pH} > 11.5$ 的化学物质, 均不进行本项试验。

5.3.2 试验方法

5.3.2.1 急性皮肤刺激试验(一次皮肤涂抹实验)

5.3.2.1.1 试验前 24 h, 将实验动物背部脊柱两侧毛剪掉, 不可损伤表皮, 去毛范围左、右各约 $3 \text{ cm} \times 6 \text{ cm}$ 。

5.3.2.1.2 取受试物 0.1 ml(g) 滴在 $2.5 \text{ cm} \times 2.5 \text{ cm}$ 大小的四层纱布上敷贴在一侧皮肤上, 或直接将受试物涂在皮肤上, 然后用一层油纸覆盖, 再用无刺激性胶布和绷带加以固定。另一侧涂赋形剂作为对照。敷用时间一般为 24 h, 亦可一次敷用 4 h。试验结束后用温水或无刺激性溶剂除去残留受试物。

5.3.2.1.3 于除去受试物后的 1、24 和 48 h 观察涂抹部位皮肤反应, 按表 1 和表 2 进行皮肤反应积分和刺激强度评价。

5.3.2.2 多次皮肤刺激试验

表 1 皮肤刺激反应评分

红 斑 形 成	积 分
无红斑	0
勉强可见	1
明显红斑	2
中等~严重红斑	3
紫红色红斑并有焦痂形成	4
水 肿 形 成	
无水肿	0
勉强可见	1
皮肤隆起轮廓清楚	2
水肿隆起约 1 mm	3
水肿隆起超过 1 mm, 范围扩大	4
总 分	8

表 2 皮肤刺激强度评价

强 度	分 值
无刺激性	0~0.4
轻刺激性	0.5~1.9
中等刺激性	2.0~5.9
强刺激性	6.0~8.0

5.3.2.2.1 先将实验动物背部脊柱两侧皮肤的毛剪掉或剃掉，去毛范围各为 $2.5\text{ cm} \times 2.5\text{ cm}$ 。

5.3.2.2.2 取受试物 $0.1 \sim 0.5\text{ ml(g)}$ 涂抹在一侧皮肤上，另一侧涂赋形剂作为对照，每天涂抹 1~2 次，连续涂抹 14 天。每次涂药前应剪毛，不得损伤皮肤，保证受试物与皮肤充分接触。

5.3.2.2.3 每天观察皮肤反应，按表 1 评分。脱屑积分为 1。最高刺激指数为 14(观察次数) \times 8(总积分数) = 112。

实验结束，用角膜环钻取涂抹部位皮肤进行病理组织学检查，按表 3 评分。

5.3.3 结果评价

按上述评定标准和指标的最高分值判断受试物的皮肤刺激作用的有无或刺激的强弱。多次皮肤刺激试验刺激指数超过 30、病理组织检查积分超过 4，应判断受试物对皮肤有明显刺激性。在许多情况下，家兔和豚鼠对刺激物质较人敏感，从动物试验结果外推到人可提供较重要的依据。

5.4 眼刺激试验

眼刺激性是指眼表面接触受试物后产生的可逆性炎性变化。

5.4.1 试验方法的原则

5.4.1.1 受试物应以一次剂量或多次剂量滴入(涂入)或喷洒眼内。

5.4.1.2 每种受试动物的眼睛应保证无任何炎性反应和眼损伤。

5.4.1.3 每组试验动物数至少 4 只，采用自身对照，首选动物为家兔。

5.4.1.4 受试物使用浓度一般用原液或用适当无刺激性赋形剂配制的 50% 软膏或其他剂型。

5.4.1.5 已证明有皮肤刺激性的物质，不必进行本项试验。

5.4.2 试验方法

5.4.2.1 一次眼刺激试验

5.4.2.1.1 将液态或软膏(0.1 ml 或 100 mg) 受试物滴入(涂入)实验动物一侧结膜囊内，另一侧眼作为对照。滴药后使眼被动闭合 $5 \sim 10\text{ s}$ ，记录滴药后 6、24、48 和 72 h 眼的局部反应，第 4、7 天观察恢复情况。观察时应用荧光素钠检查角膜损害，最好用裂隙灯检查角膜透明度、虹膜纹理改变。

表 3 皮肤慢性刺激试验评分标准

皮 肤 改 变	积 分	最高分
A. 棘层肥厚		
(a) 棘层肥厚		
轻度 (表皮为正常厚度 1.5~3 倍)	1	3
中度 (表皮为正常厚度 3~4 倍)	2	
重度 (表皮为正常厚度 4 倍以上)	3	
B. 角化过度		
(b) 颗粒层增厚	1	1
(c) 角层增厚	1	1
C. 其他表皮改变		
(d) 颗粒层缺乏	1	1
(e) 角化不全	1	1
(f) 表皮细胞空泡化或细胞内水肿或基底细胞液化变性	1	1
(g) 海绵形成		
棘细胞间水肿	1	2
水疱形成	2	
D. 表皮坏死		
(h) 表皮坏死		
轻度 (占表皮切面的 1/3 以下)	8	15
中度 (占表皮切面的 1/3~2/3)	10	
重度 (占表皮切面的 2/3 以上)	15	
E. 真皮变化		
(i) 真皮结缔组织血管扩张充血或水肿	1	1
(j) 胶原纤维变性或解离	1	1
(k) 真皮炎性细胞浸润		
轻度	1	3
中度	2	
重度	3	

注: ① 总分按 (a+b+c+d+e+f+g)+(i+j+k) 或 (h)+(i+j+k) 选择总分较大者。

② 解离指胶原纤维分离成细小碎片。

5.4.2.1.2 如果受试物明显引起眼刺激反应, 可再选用 6 只动物, 将受试物滴入一侧结膜囊内, 接触 4 s 或 30 s 后用生理盐水冲洗干净, 再观察眼的刺激反应。

5.4.2.1.3 按表 4 所列眼损害分级标准积分, 再按表 5 进行眼刺激强度的评价。

5.4.2.2 多次性眼刺激试验

将受试物原液 0.1 ml 或配制成的 50% 软膏约 100 mg 滴入或涂入一侧结膜囊内, 另一侧眼作为对照, 每日一次, 连续 14 天。实验结束后, 继续观察 7~14 天, 按表 4 分级标准记录眼的刺激反应, 并按表 5 眼刺激性评价标准进行眼刺激强度的评价。

5.4.3 结果评价

按上述分级评价标准评定, 如一次或多次接触受试物, 不引起角膜、虹膜和结膜的

表 4 眼损害的分级标准

眼 损 害	积 分
角膜: A. 混浊 (以最致密部位为准) 无混浊 散在或弥漫性混浊, 虹膜清晰可见 半透明区易分辨, 虹膜模糊不清 出现灰白色半透明区, 虹膜细节不清, 瞳孔大小勉强看清 角膜不透明, 由于混浊, 虹膜无法辨认 B. 角膜受损范围 $< \frac{1}{4}$ $\frac{1}{4} \sim \frac{1}{2}$ $\frac{1}{2} \sim \frac{3}{4}$ $\frac{3}{4} \sim 1$	0 1 2 3 4 1 2 3 4
积分 $A \times B \times 5$ 最高积分为 80	
虹膜: A. 正常 皱褶明显加深, 充血、肿胀、角膜周围有轻度充血, 瞳孔对光仍有反应 出血、肉膜可见破坏, 对光无反应 (或出现其中之一反应)	0 1 2
积分 $A \times 5$ 最高积分为 10	
结膜: A. 充血, 系指睑结膜、球结膜部位 血管正常 血管充血呈鲜红色 血管充血呈深红色, 血管不易分辨 弥漫性充血呈紫红色 B. 水肿 无 轻微水肿 (包括瞬膜) 明显水肿, 伴有部分眼睑外翻 水肿至眼睑近半闭合 水肿至眼睑超过半闭合 C. 分泌物 无 少量分泌物 分泌物使眼睑和睫毛潮湿或粘着 分泌物使整个眼区潮湿或粘着	0 1 2 3 0 1 2 3 0 1 2 3
总积分 $(A+B+C) \times 2$ 最高积分为 20	
角膜、虹膜和结膜反应累加最高积分为 110	

表 5 眼刺激性评价标准

急性眼刺激积分指数 (I, A, O, I) (最高数)	眼刺激的平均指数 (M, I, O, I)	眼刺激个体指数 (I, I, O, I)	刺激强度
0~5	48 h 后为 0		无刺激性
5~15	48 h 后 < 5		轻刺激性
15~30	4 日后 < 5		刺激性
30~60	7 日后 < 20	7 日后 (6/6 动物 < 30) (4/6 动物 < 10)	中度刺激性
60~80	7 日后 < 40	7 日后 (6/6 动物 < 60) (4/6 动物 < 30)	中度~重度刺激性
80~110			重度刺激性

炎症变化,或虽引起轻度反应,但这种改变是可逆的,则认为该受试物可以安全使用。

在许多情况下,哺乳动物眼的反应较人敏感,从动物试验结果外推到人可提供较有价值的依据。

5.5 皮肤变态反应试验

皮肤变态反应是指通过重复接触某种物质后机体产生免疫传递的皮肤反应。化学物质引起的变态性接触性皮炎,属 IV 型(即延迟型)变态反应。在人类的反应可能是瘙痒、红斑、丘疹、水泡或大疱,动物仅见皮肤红斑和水肿。

5.5.1 试验方法的原则

5.5.1.1 由于接触致敏的发病过程包括致敏(诱导)和激发两个阶段,动物在第一次接触受试物后至少 1 周,再次给予激发接触。通过激发接触能否引起皮肤反应确定有无致敏作用。

5.5.1.2 实验首选动物为白色豚鼠,每组动物数 10~25 只。

5.5.1.3 受试物剂量(浓度):致敏(诱导)浓度允许引起皮肤轻度刺激反应(即最高耐受浓度)。激发浓度一般应低于致敏浓度,不得引起原发刺激性皮肤炎症反应。

5.5.1.4 为避免出现假阳性或假阴性结果,试验中除要求使用的试剂、绷带、胶布均无刺激性外,并设立阳性或阴性对照组。

5.5.1.5 为提高皮肤反应的阳性率(增加敏感性),通常采用福氏完全佐剂(FCA),而不影响实验的评价。

注:福氏完全佐剂(FCA)的制备:

轻质石蜡油	50 ml
羊毛脂(或吐温 80)	25 ml
结核杆菌(灭活)	62 mg
生理盐水	25 ml

制成油包水乳化剂后,经高压消毒备用。

5.5.2 豚鼠最大值试验(皮内和涂皮结合法,简称 GPMT)

5.5.2.1 试验前 24 h 在豚鼠颈背脊柱两侧 4 cm × 6 cm 范围内剪毛或脱毛。

注:脱毛剂配方:

可溶性淀粉	6 份
滑石粉	6 份
硫化钡	6 份
颗粒状阳离子表面活性剂	27 份

用水调成糊状涂在脱毛部位，保留 4 min 左右，用水冲洗残留脱毛剂。

5.5.2.2 从头部向尾部成对地做三次皮内注射。① 注射 0.1 ml FCA，② 注射 0.1 ml 受试物，③ 注射 0.1 ml 受试物与 FCA 的等量混合物。如图 1 所示，各点间距 1.5 cm。

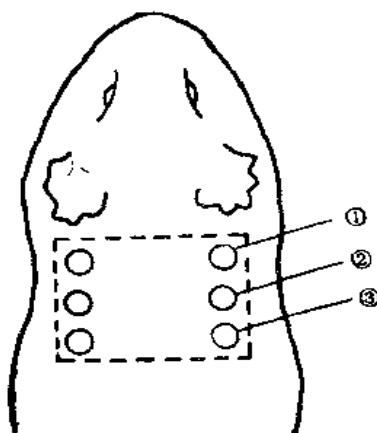


图 1

5.5.2.3 注射后第 8 天，用 2 cm × 4 cm 滤纸涂以适当赋形剂（花生油、凡士林、羊毛脂等）配制的受试物，将其贴敷在上背部的注射部位，持续封闭固定 48 h，作为第二次致敏。为加强致敏作用，对无皮肤刺激作用的化学物质，可在第二次致敏前 24 h，在注射部位涂抹 10% 十二烷基硫酸钠（SLS）。对照组仅用溶剂或赋形剂注射或涂抹。

5.5.2.4 激发接触，即在末次致敏后 14~28 天，分别用 2 cm × 2 cm 的滤纸涂以受试物，再次贴敷在上背部两侧的去毛区，持续封闭和固定 24 h。对照动物作同样处理。

5.5.2.5 激发接触后 24、48 和 72 h 观察反应，按表 6 进行皮肤反应强度评分。

$$\text{平均反应值} = \frac{\Sigma(1) + (2)}{\text{合计动物数}}$$

由于化学物的接触致敏作用并非完全遵循一般的毒理学剂量-反应规律。Maghusson 按动物致敏百分数提出以下分级标准（表 7）。

5.5.2.6 结果评价

本试验适用于弱致敏物（化学原料）的筛选。凡能引起 10% 以下动物致敏，即 1/15 或 1/20 动物致敏，可认为该受试物为弱致敏物，依以上分级标准类推。由于人群中变态性接触性皮炎的发生因素复杂，受到诸多因素如化学物的使用浓度、接触频数、持续时间及接触时原皮肤的健康状况等的影响，试验所得阳性结果应结合人群斑贴试验和流行病学调查进行综合性分析和评价。

5.5.3 局部封闭涂皮法（Buehler test, 简称 BT）

表 6 皮肤反应强度评价

	积 分
(1) 红斑形成	
无红斑	0
轻微可见红斑	1
中度红斑	2
严重红斑	3
水肿性红斑	4
(2) 水肿形成	
无水肿	0
轻度水肿	1
中度水肿	2
严重水肿	3
总积分	7

表 7 致 敏 率

致敏率%	分级	强度分类
0~8	I	弱致敏物
9~28	II	轻度致敏物
29~64	III	中度致敏物
65~80	IV	强度致敏物
81~100	V	极强致敏物

5.5.3.1 实验前 24 h, 用脱毛剂将豚鼠背部左侧 3 cm × 3 cm 范围区脱毛。

5.5.3.2 将受试物 0.1~0.2 ml 涂在 2 cm × 2 cm 滤纸上, 并将其敷贴在去毛区, 二层纱布一层油纸覆盖, 再以无刺激胶布封闭固定, 持续 6 h。第 7 天和第 14 天以同样方法重复一次。

5.5.3.3 激发接触, 即末次致敏后 14~28 天, 将 0.1~0.2 ml 或低于诱导浓度的受试物斑贴于豚鼠背部右侧 2 cm × 2 cm 去毛区 (接触前 24 h 脱毛), 然后用二层纱布、一层油纸和无刺激胶布固定 6 h, 将斑贴受试物拿掉, 24 和 48 h 后观察皮肤反应, 按表 5 评分。

对照动物仅给予激发接触。

本试验要求动物数每组 10~20 只。

5.5.3.4 结果评价

本试验适用于强致敏物 (或成品) 的筛选。致敏途径与实际接触方式接近, 按皮肤反应强度评分标准评价。根据对照组与试验组豚鼠皮肤反应的差别测定变态反应的程
度。一般情况下, 在豚鼠身上致强过敏物质, 可能在人身上引起大量的变态反应, 但在

豚鼠身上致弱过敏者有可能或不可能引起人体变态反应。

5.6 皮肤光毒和光变态反应试验

皮肤光变态反应是指某些化学物质在光能参与下所产生的抗原抗体皮肤反应。不通过机体免疫机制，而由光能直接加强化学物质所致的原发皮肤反应，则称为光毒反应。

5.6.1 试验方法的原则

5.6.1.1 首选动物为白色豚鼠和白色家兔，每组动物 8~10 只。

5.6.1.2 照射源一般采用治疗用汞石英灯，水冷式石英灯作光源，波长在 280~320 nm 范围的中波紫外线或波长在 320~400 nm 范围的长波紫外线。

5.6.1.3 照射剂量按引起最小红斑量 (MED) 的照射时间和最适距离来控制。一般需做预备试验确定 MED 值。

5.6.1.4 受试物浓度采用原液或按人类实际用浓度，光变态反应试验的激发接触浓度可采用适当的稀释浓度。采用无光感作用的丙酮或酒精作稀释剂。

5.6.1.5 光变态反应试验需采用阳性对照，常用阳性光感物为四氯水杨酰替苯胺。

5.6.1.6 光源照射前应使受试物有足够的时间穿透皮肤，一般大于 30 min，并确证受试物存留在皮肤内。

5.6.1.7 如已证明受试物具有光毒性，可以不做光变态反应试验。

5.6.2 皮肤光毒试验方法

5.6.2.1 先将实验动物背部脊柱一侧的毛剪掉，去毛范围为 3 cm × 8 cm (见图 2)。

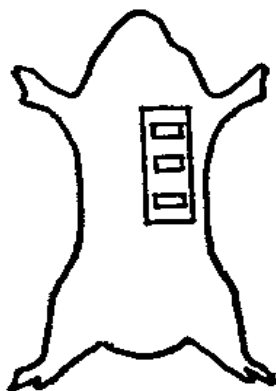


图 2

5.6.2.2 用中波紫外线灯照射去毛区，时间以秒为单位，分几档，测定 MED。

5.6.2.3 观察确定照射后 8~12 h 引起一度红斑 (刚刚可见) 的照射时间为 1 个 MED。

5.6.2.4 预试验 3 天后，用剪刀再将实验动物背部脊柱两侧去毛共四块，范围每块 2 cm × 2 cm (见图 3)。

5.6.2.5 将受试物 0.05~0.1 ml (g) 均匀涂在 1、2 脱毛区，并用黑纸覆盖避光。

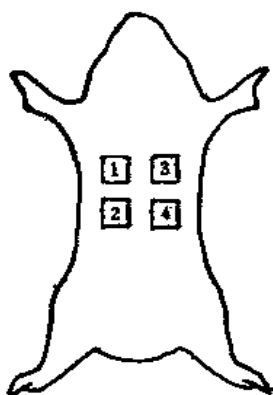


图 3

5.6.2.6 涂药 30 min 后，第一脱毛区用亚 MED 的中波紫外线灯照射；第二脱毛区用黑纸覆盖不予照射；第三区仅用亚 MED 的中波紫外线照射，不涂药；第四区作空白对照，不给予任何处理。

5.6.2.7 照射后 1、24 和 48 h，观察皮肤反应，按表 6 进行皮肤反应强度的评价。

5.6.2.8 结果评价

凡实验动物第一次与受试物接触，并在光能作用下引起类似晒斑的局部皮肤炎症反应，即可认为该受试物具有光毒作用。

5.6.3 皮肤光变态反应试验

5.6.3.1 诱导阶段：实验动物颈部用脱毛剂脱毛 $2\text{ cm} \times 4\text{ cm}$ ，于脱毛区四角皮内注射福氏完全佐剂 (FCA) 各 0.1 ml (见图 4)。

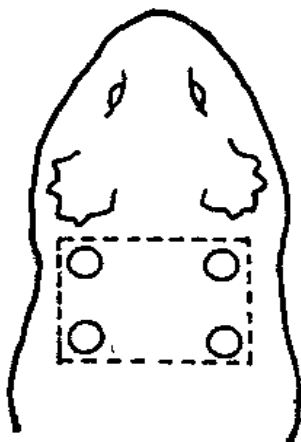


图 4

5.6.3.2 于脱毛区涂 20% 十二烷基硫酸钠 (SLS) 溶液，再将受试物 0.1 ml (g) 涂在该脱毛部位。

5.6.3.3 用波长在 280~400 nm 的中长波紫外线灯照射涂药部位，距离和时间以产

生明显红斑为准。中波紫外线的照射剂量为 6.6 J/cm^2 ，长波紫外线为 10 J/cm^2 。

5.6.3.4 隔日重复 5.6.3.2 及 5.6.3.3 步骤，共 5 次。

5.6.3.5 激发阶段：于诱导操作后两周，将实验动物背部脊柱两侧脱毛 $1.5 \text{ cm} \times 1.5 \text{ cm}$ /块，共 4 块（见图 5）。

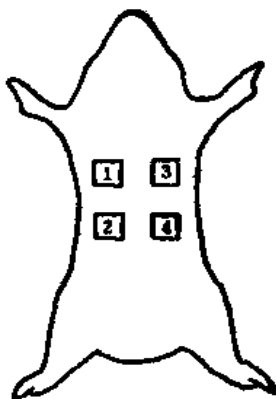


图 5

5.6.3.6 第 1 块涂受试物 0.1 ml 后 30 min 用长波紫外线照射；第 2 块涂受试物后用黑纸遮盖不照射；第 3 块不涂受试物，仅用长波紫外线照射；第 4 块用黑纸遮盖，不涂受试物，亦不照射。

5.6.3.7 照射后 24、48 和 72 h，观察皮肤反应，按表 5 进行皮肤反应强度评分。

5.6.3.8 结果评价

凡化学物质单独与皮肤接触无作用，经过激发接触和特定波长光照射后，局部皮肤出现红斑、水肿、甚而全身反应，而未照射部位无此反应者，可认为该受试物是光敏感物质。

5.7 人体激发斑贴试验和试用试验

激发斑贴试验是借用皮肤科临床检测接触性皮炎致敏原的方法，进一步模拟人体致敏的全过程，预测受试物的潜在致敏原性。

5.7.1 人体激发斑贴试验方法的原则

5.7.1.1 实验全过程应包括诱导期、中间休止期及激发期。

5.7.1.2 受试物（可疑致敏原）与皮肤有充分接触时间。

5.7.1.3 选择合适敏感斑贴部位，如人体上背部或前臂屈侧皮肤。

5.7.1.4 受试者应无过敏史，样本数不少于 25 人。

5.7.1.5 实验前应向受试者详细介绍实验目的和方法，以取得圆满合作。

5.7.2 试验方法

5.7.2.1 将 5% 十二烷基硫酸钠（SLS）液 0.1 ml 滴在 $2 \text{ cm} \times 2 \text{ cm}$ 大小的四层纱布上，然后敷贴在受试者上背部或前臂屈侧皮肤上，再用玻璃纸覆盖，用无刺激胶布固定。24 h 后将敷贴物去掉，皮肤应出现中度红斑反应。如无反应，调节 SLS 浓度或再

重复一次。

5.7.2.2 将 0.2 ml (g) 受试物按上述方法敷贴在同一部位上, 固定 48 h 后, 去掉斑贴物, 休息一日。

5.7.2.3 重复 5.7.2.2 步骤, 共四次。如试验中皮肤出现明显反应, 诱导可停止。

5.7.2.4 于最后一次诱导两周, 选择未做过斑贴的上背部或前臂屈侧皮肤两块, 间距 3 cm, 一块作对照, 一块敷贴含上述受试物 0.2 ml (g) 的 1 cm × 1 cm 纱布, 封闭固定 48 h 后, 去除斑贴物, 立即观察皮肤反应。24、48 和 72 h 再观察皮肤反应的发展或消失情况。按表 8 和表 9 进行皮肤反应评定。

表 8 皮肤反应评级标准

皮 肤 反 应	分 级
无反应	0
红斑和轻度水肿、偶见丘疹	1
浸润红斑、丘疹隆起、偶而可见水疱	2
明显浸润红斑, 大小水疱融合	3

表 9 致敏原强弱标准

致敏比例	分 级	分 类
0~2/25	1	弱致敏原
3~7/25	2	轻度致敏原
8~13/25	3	中度致敏原
14~20/25	4	强致敏原
21~25/25	5	极强致敏原

5.7.3 结果评定

如人体斑贴试验表明受试物为轻度致敏原, 可作出禁止生产和销售的评价。

5.7.4 人体试用试验的原则及方法

5.7.4.1 志愿者按日常使用方法或选用前臂屈侧 5 cm × 5 cm 皮肤进行受试物试用试验。

5.7.4.2 样本数为 200 人。

5.7.4.3 受试物每天使用 1~2 次, 连续试用 30 天以上。

5.7.4.4 每周至少观察一次, 记录受试者主诉, 如痒、热、刺痛感觉等或局部皮肤反应, 如皮肤脱屑、皲裂、红斑、水肿、丘疹、水疱、痤疮或色素沉着等。

5.7.4.5 结果评价

200 名受试者中有 1 人出现上述主诉和体征, 均可认为该受试物有皮肤刺激或致敏

作用。结合化妆品的试用情况以及动物试验结果，作出是否安全的评价。

5.8 亚慢性皮肤毒性试验

5.8.1 目的：确定受试物多次重复涂抹皮肤可能引起健康的潜在危害，为提供经皮渗透可能性，靶器官和慢性皮肤毒性试验剂量选择提供依据。

5.8.2 定义：系指受试物重复涂抹动物皮肤所引起的不良反应。

5.8.3 动物的选择：选用成年大鼠、家兔和豚鼠。建议实验起始动物体重范围，大鼠 200~300 g，家兔 2.0~3.0 kg，豚鼠 350~450 g。

动物皮肤的准备和受试物的配制，参见急性皮肤毒性试验，不过一般需每天或两三天剪毛一次。

5.8.4 剂量和分组：至少有三个剂量组和一个赋形剂对照组。每个剂量组至少 20 只动物，雌、雄动物各 10 只。最高剂量组可出现毒性反应，但不能出现死亡。最低剂量组不能出现任何毒性反应。理想的中间剂量，应产生最小的可观察到的毒性反应。如果受试物涂抹后产生了严重的皮肤刺激毒性，应该中止试验，重新设计试验方案，使新设计的最高剂量组，由于浓度的降低致使皮肤刺激反应减弱或消失。

5.8.5 试验方法：将受试物涂抹于动物背部皮肤，涂皮面积参见急性皮肤毒性试验，对毒性强的物质，涂抹面积可适当减少。实验期限为 90 天。

5.8.5.1 临床检查：整个试验过程中，注意观察并记录动物的一般表现、行为、中毒症状和死亡情况。每周称体重一次，并调整给药量。

5.8.5.2 血液学检查：一般于试验结束时测定之。包括项目：血色素含量、红细胞数、白细胞数及其分类计数、血小板数、网织红细胞数等。

5.8.5.3 血液生化学检查：一般认为适合于所有研究的测试范围是肝、肾功能、碳水化合物代谢、电解质平衡。特殊测定之项目由受试物的作用方式来决定。建议的项目有：谷丙转氨酶、谷草转氨酶，血中尿素氮、非蛋白氮及肌酐含量，血清中白蛋白/球蛋白等。必要时，可根据所观察的毒性反应选择其他的临床生化学指标。

5.8.5.4 脏器称重：肝、肾和其他脏器的绝对重量和脏/体之比的测定。

5.8.5.5 病理学检查：试验结束时，处死所有动物，进行大体尸检，并将主要器官和组织固定保存、制片和镜检。在各剂量组动物大体检查无明显病变时，可以只进行高剂量组和对照组动物主要脏器（肝、肾、脾、胃、肠等）和皮肤的组织病理学检查，发现病变后再对较低剂量组相应器官及组织进行镜检。许多毒物可引起肝、肾组织病变，故肝、肾的镜检已列入常规项目，其他器官或组织的镜检则需根据情况而定。

5.8.6 试验的意义和价值

亚慢性皮肤毒性试验将提供重复皮肤接触受试物时动物机体反应的资料。虽然从实验结果外推到人的正确性是有限的，但它能提供关于化学物经皮肤吸收程度的有用资料。若实验结果表明受试物经皮吸收可能性甚微或几乎无可能性，则没有必要进行经皮慢性毒性和致癌试验。

5.9 亚慢性经口毒性试验

5.9.1 目的：确定受试物重复经口给予动物可能引起健康的潜在危害，为提供靶器官、蓄积可能性和慢性/致癌性实验提供实验依据。

5.9.2 定义：系指动物多次重复经口接受化学物质所引起的不良反应。

5.9.3 动物的选择：一般选用啮齿类动物，首选品种为大鼠。使用雌雄两种性别，理想的给药时间是小于6周龄。

5.9.4 剂量和分组：至少应有三个剂量组和一个对照组。每个剂量组至少20只动物，雌雄各10只。各剂量组选择的原则同亚慢性经皮毒性试验。

5.9.5 试验方法：给药方式可采用受试物掺入饲料、饮水或灌胃方式。当受试物掺入饲料时，要确保给药量不能影响动物正常的营养需要。以灌胃方式给药时，每周称体重，并按体重调整给药量，以维持稳定的给药量。

在整个实验过程中，动物一般观察、临床检查和病理检查的原则和具体要求，参见亚慢性皮肤毒性试验。

5.9.6 试验的意义和价值：亚慢性经口毒性试验将提供重复经口给药后动物所表现的不良反应的资料。虽然从动物实验结果外推到人的正确性是有限的，但它能提供无反应剂量和可允许的人类接触量的有用资料。

5.10 致畸试验

6.10.1 目的：致畸试验是鉴定化学物质是否具有致畸性的一种方法。通过致畸试验，一方面鉴定化学物质有无致畸性，另一方面确定其胚胎毒作用，为化学物质在化妆品中安全使用提供依据。

5.10.2 定义：胚胎发育过程中，接触了某种有害物质影响器官的分化和发育，导致形态和机能的缺陷，出现胎儿畸形，这种现象称为致畸作用。引起胎儿畸形的物质称为致畸原。

5.10.3 器材和试剂

5.10.3.1 生物显微镜、体视显微镜、放大镜、扭力天平、游标卡尺、眼科镊子、眼科剪、平皿、滤纸等。

5.10.3.2 1/1000 茜素红溶液：茜素红 0.1 g，氢氧化钾 10 g，蒸馏水 1000 ml。

5.10.3.3 透明液 A：甘油 200 ml，氢氧化钾 10 g，蒸馏水 790 ml。

5.10.3.4 透明液 B：甘油与蒸馏水等量混合。

5.10.3.5 固定液 (Bouins 液)：苦味酸饱和液 75 份，甲醛 20 份，冰醋酸 5 份。

5.10.4 实验动物的选择：常用的实验动物是小白鼠，大白鼠和兔，大、小白鼠为首选动物。选用健康性成熟大鼠 90~100 天龄，雌性应是初产的。

5.10.5 剂量和分组：至少设 4 组，其中三组给药组和一组空白对照组。每组至少 12 只孕鼠。初次进行致畸试验或引入新的动物种株时，需要设阳性对照组。常用阳性对照物有敌枯双、五氯酚钠、维生素 A 等等。根据受试物的动物半数致死量 (LD_{50}) 和蓄积性的大小，确定受试物的给药剂量，应该包括无作用剂量组，有致畸作用剂量组和明显致畸剂量组。

5.10.6 试验方法

5.10.6.1 “孕鼠”的检出和给药时间

雌鼠和雄鼠按 1:1 (或 2:1) 同笼, 每日晨观察阴栓 (或阴道涂片), 查出阴栓 (或精子) 的当天定为孕期零天。如果五天内没查出“受精鼠”, 应调换雌鼠。检出的“受精鼠”按随机分组, 称重和编号。在大鼠孕期 6~15 天期间, 每天灌胃给药。孕鼠于孕期 0 日、6 日、10 日、15 日和 20 日称重, 并根据体重调整给药量。

保持动物室内环境安静, 室温控制在 20℃~25℃为宜, 适当地给孕鼠增加营养, 如加麦芽或蛋糕等。

5.10.6.2 孕鼠处死和一般检查

第 20 天孕大鼠用 20% 硫贲妥钠 1~1.5 ml 腹腔注射麻醉断头处死。剖腹腔检查卵巢内黄体数, 取出子宫, 称重; 检查活胎、早期吸收和迟死胎数目。

5.10.6.3 活胎鼠的检查

逐个记录活胎鼠体重, 性别, 体长。外观检查头颅外形、面部、躯干、四肢等有无畸形, 包括: 露脑、脑膨出、眼部畸形 (小眼、无眼、睁眼等) 鼻孔扩大, 单鼻孔、唇裂、脊柱裂、四肢及尾畸形等等。

5.10.6.4 胎鼠骨骼标本的制备

每窝约 2/3 活胎鼠以眼科镊子剥皮, 小心挖掉胸腹腔内脏, 去掉后颈和两肩胛骨之间的脂肪块, 然后将胎鼠放入茜素红溶液软化染色。当天下午摇动玻璃瓶 2~3 次, 视气温情况需染色半天至两天, 至头骨染红为止, 第二 (或三) 天, 将胎鼠换入透明液 A, 第三 (或四) 天, 将胎鼠换入透明液 B, 第四 (或五) 天, 胎鼠骨骼染红而软组织的紫红色基本退色, 可换入甘油中。

5.10.6.5 胎鼠骨骼检查

染好的标本连同甘油一起倒入小平皿内, 在体视显微镜下, 用透射光源, 先观察胎鼠全身, 然后逐步检查骨骼。首先, 测量囟门的大小, 矢状缝的宽度, 观察是否囟门扩大, 矢状缝增宽, 头顶间骨及后头骨缺损。然后, 检查胸骨的发育和数目, 是否胸骨缺失或融合。肋骨常见畸形有融合肋, 分叉肋, 肋骨中断, 缺肋, 短肋, 波浪肋, 多肋等; 脊柱骨的缺失、融合、纵裂等畸形; 另外, 检查骨盆, 四肢骨等是否有畸形。

5.10.6.6 胎鼠内脏检查

每窝约 1/3 活胎鼠浸入 Bouins 氏液后一周作内脏检查。先用自来水冲去固定液, 把胎鼠仰放在石蜡板上, 剪去四肢和尾巴, 用刀片从头部开始, 往下逐渐经颈、胸腹部共切 6 刀。第 6 刀切完后, 可以用小剪刀剖开腹腔, 仔细检查消化系统和泌尿生殖系统各器官的大小、形状以及位置。

5.10.7 统计处理和结果评价

受精鼠数、受孕鼠数、孕鼠死亡数, 有一个以上活胎孕鼠数, 用卡方检查; 窝平均黄体数、窝平均着床数、窝平均活胎数以及活胎鼠平均体重用 t 检验; 吸收胎和迟死胎用非参数统计, 窝畸形率、胎鼠畸形率用非参数统计。

结果应能得出受试物是否有母体毒性, 胚胎毒性以及致畸性。如果受试物有致畸效应, 可以得出最小致畸剂量。为了比较不同化学物的致畸性强度, 可用致畸指数来表示:

$$\text{致畸指数} = \frac{\text{雌鼠 LD}_{50}}{\text{最小致畸剂量}}$$

暂以致畸指数 10 以下为不致畸, 10~100 为致畸, 100 以上为强致畸。

$$\text{致畸危害指数} = \frac{\text{最大不致畸剂量}}{\text{最大可能摄入量}}$$

如果致畸危害指数 > 300, 说明受试物对人危害小, 100~300 为中等, < 100 为大(暂定)。

5.11 慢性毒性试验

5.11.1 目的: 确定动物长期接触化学物质后所产生的危害。

5.11.2 定义: 系指动物长期接触受试物所引起的不良反应。

5.11.3 动物的选择: 一般建议两种哺乳动物, 常用大鼠和小鼠。使用两种性别。试验开始时选用刚断乳的动物。

5.11.4 剂量和分组: 一般至少设三至四个剂量组和一个对照组。大鼠至少 20 只每组每性别, 小鼠比大鼠适当增加数量。在慢性毒性试验中, 最好要有剂量反应关系。最高剂量组应引起毒性反应或明确的损害作用, 低剂量组不应引起毒性作用或有害影响。

5.11.5 试验方法: 慢性经口或皮肤毒性试验, 分别采取相应的给药途径, 具体方法参见相应的亚慢性毒性试验, 试验期限至少为 6 个月, 甚至一年。

整个试验期间, 对动物的一般观察、临床检查和病理学检查, 参见亚慢性毒性试验。除此而外, 还有一些具体要求:

① 在试验的头三个月, 每周称重一次; 在 4~6 个月期间, 每两周称重一次, 以后每四周称重一次。

② 在试验开始后的第三个月、第六个月和试验结束时, 进行血液学和临床生化学有关指标的测定。一般从每组每种性别中选 10 只动物进行测定。如果可能的话, 最好每次血样来自相同的动物。

③ 测定脏器的绝对重量和脏体之比, 至少包括肝、肾、脾、睾丸和脑等脏器, 必要时还应选择其他脏器。

④ 试验结束时, 对全部的动物, 包括试验过程中死亡的或因处于垂死状态而被处死的动物都应进行全面的肉眼检查。

⑤ 对所有动物(包括中途死亡或处死的)的主要器官和组织(包括皮肤)以及所有肉眼可见的病变、肿瘤或可疑为肿瘤的组织, 都应进行病理组织学检查。

5.11.6 试验的意义和价值: 慢性毒性试验为提供人体长期接触该化学物质的最大耐受量或安全剂量提供资料。

5.12 致癌试验

5.12.1 目的：确定经一定途径长期给予试验动物不同剂量的受试物的过程中，观察其大部分生命期间肿瘤疾患产生情况。

5.12.2 定义：系指动物长期接触化学物质后所引起的肿瘤危害。

5.12.3 动物的选择：建议对活性不明的化学物质采用两种动物，一般优先选用小鼠和大鼠，动物的敏感性对试验影响很大。一般来讲，用小鼠诱发肝癌比大鼠容易，相反地，诱发皮下肿瘤则大鼠比小鼠更容易。小鼠和兔子的皮肤对局部涂抹诱发肿瘤可能比大鼠和地鼠更为敏感。

两种性别都应该使用，常使用刚断乳或已断乳动物进行致癌试验。

5.12.4 剂量和分组：至少三个剂量组和一个对照组。最高剂量组应足以引起最低毒性反应，又没有因肿瘤以外的因素和明显改变其正常生命期限。这些毒性反应可能表现为血清酶水平的改变，或体重增加受到轻度抑制（降低百分之十）。最低剂量应该不影响动物的正常生长、发育和寿命，即不能引起任何毒性表现。中间剂量应该处于最高和最低剂量的中间范围。

每个剂量组和对照组的每种性别至少 25~50 只动物。

试验期限：应该包括动物正常生命期的大部分时间。建议参考下面几条准则：

① 一般情况，试验结束时间对小鼠和地鼠应为 18 个月，大鼠为 24 个月。

② 当最低剂量组或对照组存活的动物数只有百分之二十五时，也可以结束试验。对于有明显性别差异的试验，则其结束的时间，不同的性别应有所不同。若高剂量组因明显的毒性作用造成过早死亡，此时不应结束试验。

一个合格的阴性对照试验应符合下列标准：

① 因疾病、被同类吃掉，或因管理问题所造成的动物损失在任何组都不能高于百分之十。

② 小鼠和地鼠在 18 个月，大鼠在 24 个月时，各组存活的动物不能少于 50%。

5.12.5 试验方法：给受试物的途径，根据受试物的理化特性和对人有代表性的接触方式（经口或皮肤涂抹）而定。

整个致癌过程中，注意观察并记录动物出现的症状或死亡情况，尤其要注意肿瘤发生情况，每一个肉眼可见的或触及的肿瘤出现的时间、部位、大小、外形和发展情况都应记录。

在试验的前三个月，每周称量一次，以后每四周称量一次。

在实验过程中死亡或因处于垂死状态而被处死，以及试验结束时全部宰杀的动物，都应进行完整的大体尸检。

所有动物的全部器官和组织都应保留以进行镜检，但实际上是有困难的，只能有选择地进行，至少下述情况要进行镜检：

① 各组所有肉眼可见的肿瘤或可疑肿瘤的病变。

② 最高剂量组和对照组动物，以及试验过程中死亡或处死的所有动物所保留的器官和组织。详细描述增生、瘤前病变或肿瘤的形态学改变。

③ 如果在最高剂量和对照组之间,增生、瘤前病变或肿瘤有明显区别,则应该对该试验各组所有动物的特殊有关的器官和组织进行镜检。

④ 如果实验结果表明动物正常寿命有明显改变或产生了一些能影响肿瘤发生的作用,则下一个低剂量组动物也应按上述方式进行镜检。

5.12.6 致癌试验结果的评价

采用联合国世界卫生组织提出的四条判断诱癌试验阳性的标准:

- ① 肿瘤只发生在试验组动物中,对照组无肿瘤。
- ② 试验组与对照组动物均发生肿瘤,但试验组中发生率高。
- ③ 试验组动物中多发性肿瘤明显,对照组中无多发性肿瘤或只少数动物有多发性肿瘤。
- ④ 试验组与对照组动物肿瘤的发生率无明显差异,但试验组中肿瘤发生的时间较早。

上述四条中,试验组与对照组之间的数据经统计学处理后任何一条有显著的差异时即可认为检品的诱癌试验属阳性。动物致癌试验为人体长期接触该物质是否引起肿瘤的可能性提供资料。

5.13 鼠伤寒沙门氏菌回复突变试验(Ames 试验)

鼠伤寒沙门氏菌组氨酸(his)回复突变系统是一种微生物试验。该试验用于测定可引起沙门氏杆菌基因碱基置换和/或移码突变的化学物质所诱发的his⁻→his⁺的回复突变。

5.13.1 定义:用来测定依赖于组氨酸的菌株产生不依赖于组氨酸的基因突变。

碱基型突变剂:它引起DNA分子碱基对置换。

移码型突变剂:它引起DNA分子增加或缺失一个或多个碱基对。

5.13.2 鼠伤寒沙门氏菌组氨酸缺陷型菌株鉴定

菌株:建议使用TA 98、TA 100、TA 97和TA 102等四种组氨酸缺陷型鼠伤寒沙门氏菌株。

增菌培养:将贮存菌接种于5 ml 营养肉汤中,于37°C振荡培养10 h。

5.13.2.1 组氨酸需求试验

凡组氨酸营养缺陷型试验菌株只能在补充组氨酸的培养基上生长,而在缺乏组氨酸的培养基上则不能生长。

鉴定方法:将试验菌株分别接种于含组氨酸培养基和无组氨酸培养基平板,于37°C培养24 h,观察细菌生长情况。

结果判断:试验菌株在含组氨酸平板上生长,在不含组氨酸平板上不会生长。

5.13.2.2 脂多糖屏障缺陷鉴定

粗糙型突变的微生物,其细胞表面一层脂多糖屏障已经破坏,因此一些大分子物质能穿过菌膜进入菌体内而抑制其生长,野生型菌株或含gal缺失的菌株则不受影响。

鉴定方法:含0.1 ml 试验菌株增菌液的顶琼脂培养液倒入肉汤琼脂平板上,冷凝后

中央放置无菌圆形滤纸片,滴上 10 μ l 的 0.1% 结晶紫溶液,经 37℃ 培养 24 h 观察结果。

结果判断:在滤纸片周围出现一个透明的抑菌环,说明此菌存在深粗型(rfa)突变。TA 98、TA 100、TA 97 和 TA 102 均有抑菌环,野生型鼠伤寒杆菌没有抑菌环。

5.13.2.3 对氨基青霉素的抗性鉴定

含 R 因子的试验菌株对氨基青霉素具有抗性。因 R 因子太稳定容易丢失从而使试验菌株丧失 R 因子的特性,因此需要鉴定 R 因子是否存在。

鉴定方法:将试验菌株于肉汤琼脂平板上划线,然后把沾有氨基青霉素溶液滤纸条与划线交叉放置,37℃ 培养 24 h 后观察结果。

结果判断:具有 R 因子的试验菌株(TA 98、TA 100、TA 97 和 TA 102)有抗氨基青霉素作用,故滤纸条周围照常生长。

5.13.2.4 对紫外线敏感性的试验

具有 uvrB 修复缺陷型的试验菌株,在紫外线照射后仍能照常生长,借此可以证明 uvrB 突变的存在。

鉴定方法:将试验菌株在肉汤琼脂平板上划线,然后用黑纸覆盖平板的一半,在 15 W 的紫外灯下,距离 33 cm 处照射 8 s,37℃ 培养 24 h 后观察结果。

结果判断:对紫外线敏感的菌株(TA 98、TA 100、TA 97),仅在没有照射的那一半生长,而具有野生型切除修复酶的菌株(TA 102)仍能生长。

5.13.2.5 四环素抗性的鉴定

鉴定方法:将试验菌株增菌液在营养肉汤平板上划线,待干后,吸取四环素(8 mg/ml)溶液与菌株划线处交叉划线,经 37℃ 培养 24 h 后观察结果。

结果判断:对四环素有抗性的 TA 102 菌株生长不受抑制,对四环素没有抗性的菌株,因此在四环素带的周围有一段生长抑制区。

5.13.2.6 阳性突变剂的敏感性的鉴定

试验菌株对阳性突变剂的敏感性鉴定结果,参见下表。

测试菌株的回变性

诱变剂	剂量	S-9	TA 97	TA 98	TA 100	TA 102
柔毛霉素	6.0 μ g	—	124	3123	47	662
叠氮化钠	1.5 μ g	—	78	3	3000	188
2,4,7-三硝基-9-芴酮	0.20 μ g	—	8377	8244	400	16
4-硝基-O-次苯二胺	20 μ g	—	2160	1599	798	0
4-硝基嘧啶-N-氧化物	0.5 μ g	—	528	292	4220	287
甲基磺酸甲酯	1.0 μ g	—	174	23	2730	6586
2-氨基苄	1.0 μ g	+	1742	6194	3026	261
苯并(a)芘	1.0 μ g	+	337	143	937	255

5.13.2.7 自发回变

在诱变试验中,不同的试验菌株有不同的自发回变数,通常以每皿的回变菌落数来表示。各种试验菌株的自发回变数如下:

TA 97 (90—180), TA 98 (20—50), TA 100 (100—200), TA 102 (240—320)。

经过体外代谢活化系统后的自发回变数,要比不经体外代谢活化系统的自发回变数略高。

5.13.3 大鼠肝微粒体酶 (S-9) 的诱导和制备

选健康雄性大白鼠体重 200 克左右,将多氯联苯溶于玉米油中,浓度为 200 mg/ml,一次腹腔注射 PCB 剂量为 500 mg/kg 体重。第五天断头处死动物,处死前 12 h 停食不停饮水。消毒动物皮毛,打开腹腔,取出肝脏后,用 0.15 mol/L KCl 溶液多次冲洗,每克肝脏加 0.15 mol/L KCl 3 ml 后,用剪刀剪碎肝脏,并在玻璃匀浆器中制成肝匀浆,然后在低温高速离心机上,以 9000 g 离心 10 min,然后分装保存于液氮或 -80℃ 冰箱中。

制备 S-9 的一切器皿均经消毒,全部操作在冰水浴中进行。S-9 制备后,其活力必须以标准致癌物进行测定。

5.13.4 受试物的剂量选择和常用溶剂

受试物的剂量选择范围在 0.1 μg~5 mg 或对细菌产生毒性的剂量之间。常用的溶剂为二甲基亚砜,除此之外,还可以选择丙酮、二甲基甲酰胺、甲酰胺、95%乙醇等溶剂。最高加入量为 0.1 ml。每种受试物至少三个剂量,每个剂量至少三个平板。

5.13.5 试验方法

5.13.5.1 直接平板掺入法:将含 0.5 m mol/L 组氨酸-生物素的顶层琼脂 2.0 ml 分装于试管中,45℃ 恒温水浴中保温,然后每管依次加入试验菌株增菌液 0.1 ml、受试溶液 0.1 ml 和 S-9 混合液 0.5 ml (需代谢活化时)混匀,迅速倾入底层培养基上,转动平板,使之分布均匀,冷凝固化,37℃ 下培养 48 h 后,计数每皿回变菌落数。

突变试验中,除样品各剂量组外,还应设溶剂对照、空白对照、阳性突变剂对照和无菌对照。

5.13.5.2 点试法:方法基本同平板掺入法,不同的是,将含菌液 (或 S-9 混合液) 的顶层琼脂倒入底层培养基上,然后取直径约 6 mm 无菌圆形滤纸片放在已固化的顶层培养基中央位置。再滴入受试物溶液或直接将受试物放在平皿中央,37℃ 培养 48 h 后观察结果。

5.13.6 结果评价:如果受试物的回变菌落数超过自发回变菌落数的两倍以上,并经统计学处理证明有剂量-回变反应关系者和可重复性,则定为阳性。

5.13.7 培养基和试剂的制备

5.13.7.1 顶层培养基

琼脂	1.2 g
氯化钠	1.0 g
蒸馏水	200 ml

121℃ (15 lb) 30 min 高压消毒后,加入 0.5 m mol/L 组氨酸-生物素溶液 20 ml。

5.13.7.2 底层培养基

琼脂 7.5 g
蒸馏水 465 ml

121℃ (15 lb) 30 min 高压消毒后, 加入 (V-B) 培养基 E 10 ml 和 40% 葡萄糖溶液 25 ml, 混匀, 按每皿 30 ml 倒平皿, 凝固固化后倒置于 37℃ 培养箱中 24~48 h。

5.13.7.3 Vogel-Bonner (V-B) 培养基 E

硫酸镁 ($\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) 10 g
枸橼酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 100 g
磷酸氢二钾 (K_2HPO_4) 500 g
磷酸氢铵钠 ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) 175 g

先将后三种溶解后, 再加入硫酸镁, 待完全溶解后倒入容量瓶中, 用蒸馏水稀释至 1000 ml, 分装于锥形瓶里, 121℃ (15 lb) 30 min 高压消毒。

5.13.7.4 40% 葡萄糖溶液

称取 400 g 葡萄糖, 加入蒸馏水稀释至 1000 ml, 115℃ (10 lb) 20 min 高压消毒。

5.13.7.5 肉汤培养基

牛肉膏 2.5 g
胰胨 5.0 g
氯化钠 2.5 g
磷酸氢二钾 1.0 g
蒸馏水 500 ml

121℃ (15 lb) 30 min 高压消毒。

5.13.7.6 肉汤斜面或平板

琼脂粉 7.5 g
肉汤培养基 500 ml

121℃ (15 lb) 30 min 高压消毒后, 倒斜面或平皿。用于菌株鉴定或常规试验用菌株保存。

5.13.7.7 0.5 m mol/L 组氨酸-生物素溶液

D-生物素 (分子量 247.3) 30.9 mg
L-组氨酸盐酸盐 (分子量 191.7) 24.0 mg
加蒸馏水至 250 ml

121℃ (15 lb) 20 min 高压消毒。

5.13.7.8 S-9 混和液配制 (按每毫升 S-9 混合液计算)

大鼠肝 S-9 100 μl
 MgCl_2 -KCl 盐溶液 20 μl

6-磷酸葡萄糖* 5 μ mol

辅酶 II* 4 μ mol

0.2 mol/L 磷酸盐缓冲液 500 μ l

无菌蒸馏水 380 μ l

5.13.7.9 盐溶液 (1.65 mol/L KCl + 0.4 mol/L MgCl₂)

氯化钾 (KCl) 61.5 g

氯化镁 (MgCl₂ · 6 H₂O) 40.7 g

蒸馏水加至 500 ml

121℃ (15 lb) 20 min 高压消毒。

5.13.7.10 0.2 mol/L 磷酸盐缓冲液 (pH 7.4)

磷酸二氢钠 (NaH₂PO₄ · 2 H₂O) 0.593 g

磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄ · 12 H₂O) 5.803 g

蒸馏水 100 ml

121℃ (15 lb) 20 min 高压消毒。

5.13.7.11 0.15 mol/L 氯化钾溶液

精确称取氯化钾 11.18 g, 用蒸馏水稀释至 1000 ml, 121℃ (15 lb) 30 min 高压消毒, 冷却后冰箱保存, 用于 S-9 制备。

5.13.7.12 氨苄青霉素溶液 (8 mg/ml)

称取三羟氨苄青霉素 80 mg, 加入 0.02 N 氢氧化钠溶液 10 ml。

5.13.7.13 0.1% 结晶紫溶液

称取结晶紫 10 mg, 加 10 ml 无菌水即成。

5.13.7.14 四环素溶液 (8 mg/ml)

称取四环素 40 mg, 加入 0.02 N 盐酸溶液 5 ml, 用于四环素抗性试验。

5.14 体外哺乳动物细胞的染色体畸变和 SCE 检测试验

5.14.1 意义: 用哺乳动物细胞染色体畸变和姐妹染色单体交换率的检测来评价致突变物是世界上常用的短期生物试验方法之一。方法较简单、快速。

5.14.2 试剂配制

5.14.2.1 阳性对照物: 可根据受试物的性质和结构选择不同之阳性对照物, 例如黄曲霉毒素 B₁ 和苯并 (a) 芘等。

5.14.2.2 受试物: 最好溶于培养液中, 也可溶于二甲基亚砜 (DMSO) 中, 其浓度应低于 0.5%。

5.14.2.3 培养液: 采用 MEM (Eagle), 并加入非必需氨基酸和抗菌素 (青、链霉素, 按 100 IU/ml), 胎牛血清按 10% 加入。

5.14.2.4 肝匀浆 S-9 混合物:

* 称量药粉, 直接加入, 配制时先从前往后加试剂。

S-9 的制备同 Ames 试验, 按下列配方配制 S-9 混合物:

S-9	0.125 ml
MgCl ₂ (0.4 mol/L)	0.02 ml
KCl (1.65 mol/L)	0.02 ml
葡萄糖-6-磷酸	1.791 mg
辅酶 II (氧化型, NADP)	3.0615 mg

用 MEM 培养液补足至 1 ml。

5.14.3 实验程序

5.14.3.1 细胞: 使用中国地鼠卵巢 (CHO) 细胞株。

5.14.3.2 实验前一天, 将 1×10^6 细胞接种于直径为 6 cm 的玻璃培养皿中, 放培养箱内待用。

5.14.3.3 实验时, 吸去培养皿中的培养液, 加入一定浓度的受试物、肝匀浆 S, 混合物以及一定量不含血清的培养液, 放培养箱中反应 2 h。结束后, 吸去含受试物的培养液, 用 Hanks 液洗细胞, 加入含 10% 小牛血清的培养液, 放回培养箱, 于 24 h 内收获细胞。于收获前 4 h, 加入秋水仙素 (终浓度为 $1 \mu\text{g/ml}$)。如果用于检测 SCE 频率, 则待受试物与细胞反应结束后, 加入含 $20 \mu\text{mol/L}$ 5-溴脱氧尿苷 (BrdU) 的培养液, 于黑暗的环境下培养 27 h, 加入秋水仙素后 4 h 收获细胞。

5.14.3.4 收获细胞时, 用 0.25% 胰蛋白酶溶液消化细胞, 待细胞脱落后, 加入含 10% 小牛血清的培养液终止胰蛋白酶的作用, 混匀, 放入离心管以 $1000 \sim 1200 \text{ r/min}$ 的速度离心 5~7 min, 弃去上清液, 加入 0.075 mol/L KCl 溶液低渗处理, 继而以甲醇和冰醋酸液 (容积比为 3:1) 进行固定。按常规制片, 作染色体分析用的标本可直接用姬姆萨染液染色, 检测 SCE 频率的标本需进行分化染色, 将制备好的玻片通过 pH 6.8 的磷酸盐缓冲液 1 min, 移入 Hoechst 33258 液 (终浓度为 $1 \mu\text{g/ml}$) 中 12 min, 再通过磷酸盐缓冲液 1 min。移至特制的黑盒中, 经紫外线照射 (30 W, 距离 12 cm) 15 min, 将玻片移至 $2 \times \text{SSC}$ 液中, 在 62°C 水浴内 1.5 h, 最后经姬姆萨染色。

作染色体分析时, 对每一处理组选 100 个分散良好的中期分裂相进行染色体畸变分析。作 SCE 频率计数时, 选择 25 个细胞计数 SCE 频率。

5.14.4 结果评价: 对染色体畸变率用 X^2 检验, 对 SCE 检测用 t 检验进行统计学处理, 以评价受试物的致突变性。

5.15 哺乳动物骨髓细胞染色体畸变率检测试验

5.15.1 意义: 在动物以不同途径接触受试化学物后, 用细胞遗传学的方法检测骨髓细胞染色体畸变率的增加, 从而评价受试物的致突变性, 进而预测致癌的可能性。

5.15.2 动物选择: 选用成年小鼠或大鼠。

5.15.3 剂量选择: 选用 $1/2$ 、 $1/5$ 、 $1/10$ 、和 $1/20 \text{ LD}_{50}$ 剂量为试验组, 另设阳性对照和阴性对照各一组, 阳性对照组可用苯, 剂量为 0.15 ml/只 , 阴性对照为溶剂对照。每组 5 只动物。

5.15.4 染毒方式: 可用经口灌入的方式, 共染毒两次, 间隔 24 h, 于第二次给药后 6 h 处死动物, 于处死前 4 h 腹腔注射秋水仙素 (按剂量 4 mg/kg)。

5.15.5 实验步骤

5.15.5.1 用颈椎脱臼法处死动物, 取出股骨, 剃除肌肉等组织。

5.15.5.2 剪去股骨两端, 用注射器吸取 5 ml 生理盐水, 从股骨一端注入, 用 10 ml 离心管, 从股骨另一端接取流出的骨髓细胞悬液。

5.15.5.3 将细胞悬液以 1000 r/min 的速度离心 5~7 min, 去除上清液。

5.15.5.4 加入 0.075 mol/L KCl 溶液 7 ml, 用滴管将细胞轻轻地混匀, 放入 37℃ 水浴中低渗处理 7 min, 加入 2 ml 固定液 (冰醋酸: 甲醇 = 1:3), 混匀, 以 1000 r/min 速度离心 5~7 min, 弃去上清液。

5.15.5.5 加入 7 ml 固定液, 混匀, 固定 7 min, 以 1000 r/min 的速度离心 7 min, 弃去上清液。

5.15.5.6 用同法再固定 1~2 次, 弃去上清液。

5.15.5.7 加入数滴新鲜固定液, 混匀。

5.15.5.8 用混悬液滴片, 自然干燥。

5.15.5.9 用姬姆萨染液染色。

5.15.6 读片和结果评价

选择分散良好的中期分裂相, 在显微镜油镜下进行读片, 记录畸变类型。所得各组的染色体畸变率用 χ^2 检验进行统计学处理, 以评价试验组和对照组之间是否有明显差异。

5.16 动物骨髓嗜多染细胞微核试验

研究化学物诱发哺乳动物染色体畸变的方法很多, 微核试验以其简便、快速, 具有一定的敏感性, 被广泛应用于遗传毒理学研究中。

5.16.1 目的

该试验是一种用体内试验来检查骨髓细胞染色体畸变的方法, 特别适用于检出纺锤体的部分损害而出现的染色体丢失或染色单体或染色体的无着丝点断片。

5.16.2 试剂和材料

5.16.2.1 胎牛血清

将滤菌后的胎牛 (或小牛) 血清放入 56℃ 恒温水浴中保温 30 min 进行灭活, 通常储存于冰箱冰室里。

5.16.2.2 姬姆萨染液

称取 Giemsa 3.8 g, 加入 375 ml 分析纯甲醇, 待完全溶解后, 再加 125 ml 甘油, 放 37℃ 恒温箱中保温 48 h, 保温期间振摇数次, 以促进充分溶解, 取出过滤, 两周后用。

5.16.2.3 Giemsa 应用液的配制

取一份 Giemsa 液与 6 份磷酸盐缓冲液混合而成。

5.16.2.4 1/15 mol/L 磷酸盐缓冲液 (pH 7.4)

称取 $\text{Na}_2\text{HP}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$	19.077 g
KH_2PO_4	1.814 g
加蒸馏水至	1000 ml

5.16.2.5 解剖剪、镊子(大、小)各一把、止血钳、载物片、盖玻片(24 mm × 50 mm)、塑料洗瓶、滤纸、纱布、甲醇(分析纯)、二甲苯、生物显微镜。

5.16.3 实验动物和剂量分组

小白鼠是微核试验的常规动物,也可选用大白鼠,一般常用体重为 25~30 g 的小鼠或体重为 150~200 g 的大鼠,雌雄皆可,每个剂量组至少 5 只动物,另外设溶剂对照组和阳性物组。常用环磷酰胺做为阳性对照物。

根据受试物理化性质(尤其是水溶性-脂溶性),确定受试物所用的溶剂,常用水、植物油(玉米油等)或吐温-80 等溶剂。剂量的选择是很重要的,用药量太低,会漏掉阳性物,用药量太大,可致动物死亡,或因对骨髓毒性作用太强,致使嗜多染红细胞受到抑制,难以获得正确的结果。一般取受试物 LD_{50} 的 1/2、1/5、1/10、1/20 等剂量,以求获得微核的剂量-反应关系曲线。

5.16.4 给药途径和方式

给药途径视试验目的而定,常用经口灌胃方式,建议采用 30 h 给药法,即两次给药间隔 24 h,第二次给药后 6 h 取材。

5.16.5 试验方法

5.16.5.1 骨髓液的制取

动物脱颈处死,打开胸腔,沿着胸骨与肋骨交界处剪断,剥掉附着胸骨上的肌肉,擦净血污,横向切断胸骨,暴露骨髓腔,然后用小止血钳挤出胸骨骨髓液。

5.16.5.2 涂片

将骨髓液滴在载物片一端的胎牛血清液滴里,仔细混匀,一般来讲,两节胸骨骨髓液涂一张片子为宜,然后按血常规涂片法涂片,约 2~3 cm 长度,将载物片在空气中晾干。若立即染色,需在酒精灯火焰上方稍微烘烤一下。

5.16.5.3 固定

已干的涂片放入甲醇中固定 5~10 min,即使当日不染色,也应固定后保存。

5.16.5.4 染色

将固定过的涂片放入 Giemsa 应用液中,染色 10~15 min,然后立即用 pH 7.4 磷酸盐缓冲液冲洗。

5.16.5.5 封片

用滤纸及时擦干染片背面的水分,再用双层滤纸轻轻按压,并吸附染片上残留的水分,尽量吸净,再在空气中摇动数次,以促尽快晾干,然后放入二甲苯中,透明 5 min,取出滴上适量光学树脂胶,盖上盖玻片,写好标签。

5.16.6 观察和计数

先用低倍镜,后用高倍镜粗检,选择细胞分布均匀,细胞无损,着色适当的区域,

再在油镜下计数。虽然不计数有核细胞的微核，但需用有核细胞形态完好做为判断制片优劣的标准。

本法系观察嗜多染细胞的微核，嗜多染细胞呈灰蓝色，而成熟的红细胞呈粉红色。微核大多数呈圆形、单个的、边缘光滑整齐、嗜色性与核质一致、呈紫红色或蓝紫色。

每只动物计数 1000 个嗜多染红细胞。微核率指含有微核的嗜多染细胞数，以千分率表示。一个嗜多染细胞中出现两个或多个微核，仍按一个计数。

5.16.7 结果评价

微核试验结果的统计学处理，推荐下述方法：

首先找出受试物各剂量组和对照组微核 95% 可信限。查普阿松分布 (λ) 的可信限表，阳性物组的 95% 可信限按正态分布处理。然后绘出受试物各剂量组和对照组的 95% 可信限的直线图。最后，各剂量组与对照组进行 u 检验。

根据统计处理结果来评价受试物是否具有染色体畸变作用。

5.17 小鼠精子畸形检测试验

5.17.1 意义：一般认为异常精子数的增加可能是在精子发生中造成遗传损伤的结果。因此，小鼠精子形态试验可用于鉴别能引起精子发生功能异常以及引起突变的化学物质。

5.17.2 动物：成年雄性小鼠，体重 25~35 g。

5.17.3 剂量选择和动物分组：设 1/2、1/5、1/10 和 1/20 LD_{50} 剂量组以及阳性对照和阴性对照组。阳性对照组腹腔注射环磷酰胺，剂量为 40 mg/kg 体重。阴性对照组为溶剂对照。

5.17.4 染毒方式：经口灌入受试物，连续 5 天，每天一次。

5.17.5 实验步骤

5.17.5.1 于染毒后 4 周用颈椎脱臼的方式处死动物，剖腹，取出附睾。

5.17.5.2 将附睾放入盛有 2 ml 生理盐水的小平皿中，用虹膜剪剪碎。

5.17.5.3 以三层擦镜纸过滤，滤液以 1000 r/min 的速度离心 5 min，去除上清液。

5.17.5.4 加入少量生理盐水，以混悬液涂片，自然干燥。

5.17.5.5 将玻片置甲醇中固定 5 min，用 2.5% 伊红染色 1 h，封片。

5.17.5.6 在显微镜 (40×10) 下计数 2000 个精子中畸变的精子数，精子畸形的分类按 Wyrobeks 的方法进行。

5.17.6 结果评价

用柯莫洛夫-斯米尔诺夫检验方法进行统计学处理。

具体方法请参考《中国医学百科全书》医学统计学部分，第 160 页“频数分布的拟合优度”，上海科学技术出版社，1985。

附录 A

实验动物体表面积估算方法

(补充件)

A.1 兔

$$S = K \cdot m^{\frac{2}{3}} \dots\dots\dots (A\ 1)$$

式中: S ——体表面积, cm^2 ;

K ——常数, 一般成年家兔为 10;

m ——动物体重, g 。

例: 体重 2 kg 成年家兔体表面积:

$$\begin{aligned} S &= 10 \times 2000^{\frac{2}{3}} \\ \lg S &= \lg 10 + 2/3 \lg 2000 \\ &= 1 + 0.6667 \times 3.3010 \\ &= 1 + 2.2008 \\ &= 3.2008 \end{aligned}$$

查反对数表: $S = 1588 \text{ cm}^2$

A.2 豚鼠

$$S = K \cdot m^{\frac{2}{3}} \dots\dots\dots (A\ 2)$$

式中: K ——常数, $K = 9.26$;

m ——动物体重, g 。

例: 体重 438 g 之豚鼠的体表面积:

$$\begin{aligned} \lg S &= \lg 9.26 + 2/3 \lg 438 \\ &= 0.9666 + 2/3 \times 0.8805 \\ &= 0.9666 + 1.7610 \\ &= 2.7276 \end{aligned}$$

查反对数表: $S = 534 \text{ cm}^2$

A.3 大鼠、小鼠

$$S = 0.0913 m^{\frac{2}{3}} \dots\dots\dots (A\ 3)$$

式中: S ——体表面积, cm^2 ;

m ——动物体重, kg 。

例: 体重 200 g 大鼠之体表面积:

$$\begin{aligned} S &= 0.0913 \times (0.2)^{\frac{2}{3}} \\ \lg S &= \lg 0.0913 + \frac{2}{3} \lg 0.2 \\ &= \bar{2}.9605 + \frac{2}{3} \times \bar{1}.3010 \\ &= \bar{2}.9605 + \bar{1}.5340 \\ &= \bar{2}.4945 \end{aligned}$$

查反对数表, $S = 0.03123 \text{ m}^2 = 312.3 \text{ cm}^2$

附录 B

化学物质毒性的 LD₅₀ 计算方法 (补充件)

B.1 霍恩氏法(Horn)

一般各剂量组使用 5 只动物，常用的剂量系列有两排：

$$\left. \begin{array}{l} 1.0 \\ 2.15 \\ 4.64 \\ 10.0 \end{array} \right\} \times 10^t \quad \left. \begin{array}{l} 1.0 \\ 3.16 \\ 10.0 \\ 31.6 \end{array} \right\} \times 10^t$$

$t = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3 \dots$

前排系列的剂量间距较后排系列为小，结果较为精确，所以一般常选用之。

预备试验：通常采用 10, 100 和 1000 mg/kg 的剂量，各剂量使用 2~3 只动物。根据 24 h 内动物死亡情况，估计 LD₅₀ 的可能范围，以确定正式试验所用的剂量。

正式试验：按预试所确定大概的致死剂量范围选用一组适宜的剂量系列，根据四个剂量组的动物死亡数，从 Horn 氏法 LD₅₀ 计算用表中，可求出 LD₅₀ 值及其可信限。

此法的优点是简单易行，使用动物少，可用来初步了解受试物的毒性强弱。缺点是所得 LD₅₀ 的可信限范围较宽，不够精确。

B.2 机率单位-对数图解法

先把剂量的对数值和相应反应的机率单位用点代表画在图上（用机率对数图纸直接把剂量和死亡百分数画在图上）。画线时应照顾所有图上各点，使点散布在线的上下，并使线上点的距离和线下点的距离能相互抵消，特别注意在死亡率 15% 到 85% 间的点，机率单位 4 与 6 之间的点，尽量使线接近这部分的点。当直线划定后，由图直线上 50% 死亡率（机率单位为 5）的相应剂量对数值，就是半数致死量（LD₅₀）的对数值，经反对数变换后即得 LD₅₀ 的剂量。

半数致死量（LD₅₀）的可信限估计：

先求 LD₅₀ 的标准差 S ：

$$S = \frac{X_2 - X_1}{Y_2 - Y_1} \dots\dots\dots (B 1)$$

X_2 、 X_1 相当于 $Y_2 = 6$ 、 $Y_1 = 4$ （机率单位）时相应的 X 轴上的对数剂量。

估计 $\log LD_{50}$ 的标准误：

$$S \log LD_{50} = \frac{S}{\sqrt{\frac{N'}{2}}} \text{ 或 } \sqrt{\frac{2 S^2}{N'}} \dots\dots\dots (B 2)$$

式中： N' ——反应为 16~84% 之间所用试验动物数。

半数致死量对数值的 95% 可信限为 $\log LD_{50} + 1.96 S$

$\log LD_{50}$ ，经反对数变换后，可得到 LD_{50} 的 95% 可信限剂量。

该法要求：一般每剂量组使用不少于 10 只动物，但各组动物数不一定均等。此法不要求剂量组呈等比关系，但等比可使各点距离相等，利于作图。本法优点是，不需烦琐的计算。

B.3 寇氏法 (Karbermettdod)

该法是一种计算简便，易于理解，而且计算结果比较准确的一种方法。

依本方法设计时，剂量范围可宽些，剂量组必须多，但组间对数剂量差（组距）可以小些。

预备试验：一般应求得动物全死（或 90% 以上死亡的剂量）和动物不死亡（或 10% 以下死亡的剂量），分别作为正式试验的最高与最低剂量。

正式试验：一般设 5~10 个剂量组。将上述最高、最低剂量均换算为常用对数，然后将最高、最低剂量的对数差，按所需要的组数，分为几个对数等距（也可以不等距）的剂量组。

试验结果的计算和统计：

1. 列出试验数据及其计算表，包括各组剂量 (mg/kg)、对数剂量 (X)、动物数 (n)、动物死亡数 (r)、动物死亡百分比 (P ，以小数表示) 以及统计公式中要求的其他计算数据项目。

2. LD_{50} 的计算公式：根据试验条件及试验结果，可分别选用下列三个公式中的一个，求出 $\log LD_{50}$ 。

① 按本试验设计得出的任何结果，均可用式 (B 3)：

$$\log LD_{50} = \frac{1}{2} \sum (X_i + X_{i+1}) (P_{i+1} - P_i) \quad \text{..... (B 3)}$$

式中： X_i 与 X_{i+1} 及 P_i 与 P_{i+1} 分别为相邻两组的剂量对数以及动物死亡百分比。

② 按本试验设计，且各组间剂量为对数等距时，可用式 (B 4)：

$$\log LD_{50} = X_k - d/2 \sum (P_i + P_{i+1}) \quad \text{..... (B 4)}$$

式中： X_k ——最高剂量对数；

d ——相邻两剂量对数值的差数。

③ 若试验条件同②，且最高、最低剂量组动物死亡百分比分别为 1.0（全死）和 0（全不死）时，则可用更便于计算的式 (B 5)：

$$\log LD_{50} = X_k - d(\sum P - 0.5) \quad \text{..... (B 5)}$$

式中： $\sum P$ ——各组动物死亡百分比之和。

3. 标准误与 95% 可信限：

① $\log LD_{50}$ 的标准误 (S)：

$$S \log LD_{50} = d \sqrt{\frac{\sum P - \sum P^2}{n}} \dots\dots\dots (B 6)$$

$$\textcircled{2} \text{ 95\% 可信限} = \log^{-1}(\log LD_{50} \pm 1.96 S \log LD_{50}) \dots\dots\dots (B 7)$$

附 录 C
化学物质的急性毒性(LD₅₀)分级
(补充件)

级 别	大鼠经口 LD ₅₀ (mg/kg)	兔涂皮 LD ₅₀ (mg/kg)
极 毒	<1	<5
剧 毒	≥1~50	≥5~44
中 等 毒	≥50~500	≥44~350
低 毒	≥500~5000	≥350~2180
实际无毒	≥5000	≥2180

附加说明:

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所归口。

本标准由“化妆品安全性评价程序和方法”起草小组负责起草。

本标准主要起草人徐凤丹、贺锡雯、秦钰慧、刘景忠。

本标准由中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

头发用冷烫液

GB 11428—89

Cold wave lotion for hair

1 主题内容与适用范围

本标准规定了头发用冷烫液产品技术要求、试验方法、验收规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于完全以巯基乙酸铵为还原剂，添加各种乳化剂、芳香剂等辅料配制而成的化学卷发液系美发用化妆品。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法

GB 1623 过硼酸钠

GB 5296.3 消费品使用说明 日用化妆品使用说明

3 分类

3.1 冷烫液按其剂型分

3.1.1 水剂型(水溶液型)

3.1.2 乳剂型

3.2 冷烫液按其使用方法分

3.2.1 热敷型

3.2.2 不热敷型

4 技术要求

4.1 冷烫液由卷发剂和定型剂两部分组成。

4.2 卷发剂见表1规定。

4.3 定型剂见表2规定。

5 试验方法

5.1 外观：卷发剂和定型剂均凭视觉于明亮处观察。

5.2 气味：凭嗅觉检查。

表 1

指标名称	规 定			
	优 级 品		一 级 品	
	热 敷 型	不热敷型	热 敷 型	不热敷型
外 观	水剂：清晰透明，无杂质，沉淀 乳剂：无杂质，沉淀		水剂：清晰透明，无杂质，微有沉淀 乳剂：无杂质，微有沉淀	
气 味	略有氨的气味			
pH 值	8.5~9.5			
游离氨含量 g/mL	≥0.0080			
巯基乙酸铵含量 g/mL	0.085 0~0.139 0	0.095 0~0.139 0	0.085 0~0.139 0	0.095 0~0.139 0

表 2

定 型 剂	指 标 名 称	规 定
过硼酸钠 (固体)	外观 含量, % 稳定度, %	细小白色结晶 ≥98 ≥90
双氧水 (液体)	外观 含量, g/mL pH 值	透明水状液 ≥0.015 0 2~3

5.3 pH 值

5.3.1 酸度计 1 台，精度 ±0.02。

5.3.2 卷发剂和定型剂均用酸度计直接测定产品。

5.4 游离氨含量

5.4.1 试剂

- 硫酸标准溶液：0.1 mol/L，按 GB 601 配制及标定；
- 氢氧化钠标准溶液：0.1 mol/L，按 GB 601 配制及标定；
- 溴甲酚绿-甲基红(1:1)指示剂：0.1%乙醇溶液。

5.4.2 测定

用移液管吸取冷烫液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，再用移液管吸取 10 mL 于 300 mL 锥型瓶中，加 50 mL 去离子水，准确加入 25 mL 0.1 mol/L 硫酸标准溶液，加热至沸，冷却后加入 2~3 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液由红变为绿色为终点。

游离氨的含量(g/mL)按式(1)计算：

$$(25 c_1 - V \cdot c_2) \times 0.017 03 \dots \dots \dots (1)$$

式中：0.017 03—硫酸标准溶液的实际浓度，mol/L； c_1 (1/2 H_2SO_4) = 0.1 mol/L 标准溶液

含有硫酸 0.1×49 g, 基本单元是硫酸分子的二分之一;

V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L; $c_2(\text{NaOH}) = 0.1$ mol/L, 即每升含氢氧化钠 0.1×40.01 g, 基本单元是氢氧化钠分子;

0.01703——与 1.00 mL 硫酸标准溶液 [$c_1(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000$ mol/L] 相当的游离氨的质量, g。

所得结果应表示至四位小数。

5.5 巯基乙酸铵含量

5.5.1 试剂

a. 稀硫酸: 1:10;

b. 淀粉指示剂: 1%;

c. 碘标准溶液: 0.1 mol/L, 按 GB 601 配制及标定。

5.5.2 测定

精确吸取冷烫液 2 mL, 置锥形瓶中, 加去离子水 60 mL、稀硫酸 (1:10) 10 mL、淀粉指示液 2 mL, 以 0.1 mol/L 碘标准溶液滴定至溶液呈稳定的蓝色即为终点。

巯基乙酸铵的含量 (g/mL) 按式 (2) 计算:

$$V \cdot c \times 0.1092 \dots \dots \dots (2)$$

式中: V ——碘标准滴定溶液的体积, mL;

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$c\left(\frac{1}{2} \text{I}_2\right) = 0.1$ mol/L, 即每升含有碘 0.1×126.9 g, 基本单元是碘分子的二分之一;

0.1092——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2 \text{I}_2) = 1.000$ mol/L] 相当的巯基乙酸铵的质量, g。

所得结果应表示至四位小数。

5.6 过硼酸钠

含量及稳定度均按 GB 1623 标准测定。

5.7 双氧水

5.7.1 试剂

a. 碘化钾溶液: 5%;

b. 钼酸铵溶液: 3%;

c. 硫酸溶液: 2 mol/L;

d. 硫代硫酸钠标准溶液: 0.1 mol/L, 按 GB 601 配制及标定。

5.7.2 测定

用移液管吸取 10 mL 定型剂, 于容量瓶中稀释至 100 mL, 取 10 mL 上述溶液放入锥形瓶中, 加 80 mL 去离子水, 20 mL 2 mol/L 硫酸酸化, 再加 20 mL 5% 碘化钾

溶液，加3滴钼酸铵溶液，用0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定，近终点时加入2 mL 1%淀粉指示剂，滴至无色为终点。

双氧水的含量(g/mL)按式(3)计算：

$$V \cdot c \times 0.01710 \dots \dots \dots (3)$$

式中：V——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L； $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ，

即每升含有硫代硫酸钠 $0.1 \times 158.1 \text{ g}$ ，基本单元是硫代硫酸钠分子；

0.01710——与1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当所
的双氧水的质量，g。

得结果应表示至四位小数。

6 检验规则

6.1 生产厂方应保证产品质量符合本标准，产品出厂前须经检验部门检验合格后方可出厂，并应签发质量合格证。

6.2 收货方可在一批交货数量中按1%取样规定，抽取试样进行外包装检验。

6.3 收货方可以每一批号为一批，抽检其中一瓶(套)进行理化指标检验，各项指标应全部合格，如一项不合格时，应会同双方另取双倍数量样品复验，仍不合格时视为不合格品。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 各种头发用冷烫液产品，无论精装或简装都必须在瓶身或套盒上（或说明书上）标明：产品名称、注册商标、厂名、日期或批号。字迹应清晰完整。

7.1.2 中包装应有以下标志：产品名称、生产日期及厂名。

7.1.3 各品种冷烫液产品在大箱外都应明显标明产品名称、厂名、牌号、规格、数量、毛重、生产日期或批号及“小心轻放”、堆放箭头等字样。

7.2 包装

7.2.1 冷烫液中卷发剂应用美观牢固的玻璃瓶或塑料瓶包装，液体定型剂应用塑料瓶包装，固体定型剂用密封良好的塑料袋包装。

7.2.2 瓶子、瓶身应端正，印刷字迹应清晰，不掉颜色，商标图案应完整、清洁，瓶身与印字颜色应符合标样，其瓶子尺寸应符合图纸要求。

7.2.3 瓶盖：瓶盖尺寸应符合图纸规定，瓶盖应旋紧在瓶口上，不歪斜，不滑扣，瓶盖与瓶口配合严密、不漏液。

7.2.4 小盒：应平整、端正，粘贴牢固，彩印鲜明，字迹清晰。

7.2.5 说明书：各品种冷烫液必须备有简明的使用说明书及详细的注意事项。其编写要求应严格按 GB 5296.3 标准编写。

7.2.6 中盒：应牢固、平整，外贴合头。

7.2.7 大箱：应符合 7.1.3 各项规定，印刷色彩应鲜明清洁，封箱应牢固、严密。

7.2.8 内容物质量公差，以 20 瓶平均质量公差计算，见表 3。

表 3

洗发用冷烫液质量, g	允许公差, g
≤ 100	± 2
101~500	± 5
501~1000	± 10
≥ 1001	补加损耗 1%

7.3 运输、贮存

7.3.1 运输时应注意轻装、轻卸，按箱子箭头堆放，不得倒置，避免剧烈震动。

7.3.2 贮存时宜存于室温低于 38℃ 通风干燥仓库内，堆放时距离地面 20 cm、距离内墙为 50 cm，中间留有通道，忌近靠水源及暖气，谨防日晒雨淋。

7.3.3 保质期：冷烫液产品在符合规定的贮存条件下，包装完整，未经启封时，保质期为一年。

附加说明：

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由上海日用化学研究所归口。

本标准由天津第一日用化学厂起草。

本标准主要起草人朱健敏、郭华、李茵英。

中华人民共和国国家标准

发 乳

Hair cream

GB 11428—89

1 主题内容和适用范围

本标准规定了产品的技术要求、试验方法、验收规则。
本标准适用于护发用、特殊性护发用的乳化型发乳产品。

2

引用标准

- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296.3 消费品使用说明 日用化妆品使用说明
- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定
- GB 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群
- GB 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌
- GB 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

3 产品分类

- 3.1 按乳化类型分:
 - 3.1.1 油在水中型 (即油/水型)。
 - 3.1.2 水在油中型 (即水/油型)。
- 3.2 按功能分:
 - 3.2.1 一般性护发用。
 - 3.2.2 特殊性护发用 (包括药物性等)。

4 技术要求

- 4.1 理化、感官、卫生指标应符合表1规定;
- 4.2 质量指标 (以每十件平均计算)
瓶、软管、塑灌每件在 40 g 以下, ± 2.0 g;

国家技术监督局 1989-07-04 批准

1990-02-01 实施

表 1

指 标 名 称		优 级 品	一 级 品	合 格 品
耐 热	油/水	48℃/24 h 不分离	45℃/24 h 不分离	40℃/24 h 不分离
	水/油	40℃/24 h 渗油量不超过 5%		
耐 寒	油/水	-15℃/24 h 恢复室温(25℃)无油水分离现象		
	水/油	-10℃/24 h 恢复室温(25℃)膏体不发粗、不出水		
色 泽		符合标样		
膏体结构		细腻		
pH 值		4.0~8.5		
香气		符合规定香型		
色泽稳定性		暴露在紫外线灯下 6 h, 应不变色或轻微变色		
卫 生 指 标	重 金 属	铅, mg/kg	≤40	
		汞, mg/kg	≤1	
		砷, mg/kg	≤10	
	微 生 物	细菌总数 只/克	≤1000	
		粪大肠菌群、金黄色 葡萄球菌、绿脓杆菌 只/克	不得检出	

41~100 g, ±4.0 g;
101~200 g, ±5.0 g;
200 g 以上, ±10.0 g。

塑袋每件在 49 g 以下, ±1.0 g;

50~100 g, ±2.0 g。

散装不低于规定质量 +5%。

4.3 外观要求

4.3.1 瓶子外要清洁干燥, 瓶外不得有膏料, 粘贴商标不得有明显歪斜和胶水迹。

4.3.2 瓶(软管、塑灌)口内应衬有塑碗或塑片, 必须清洁平整。

4.3.3 瓶盖应旋紧, 不得有滑牙跳盖, 盖衬应压紧在瓶口上, 轧口应完整。

4.3.4 瓶身应光滑完整, 无明显疤痕、条纹、气泡、冷爆、破碎、结皮等。色泽不得有明显的差别, 瓶口螺丝不得有中断、歪斜、毛口等。

4.3.5 软管塑袋图案清楚、套色鲜明、封尾要整齐牢固。

4.3.6 盖子内外要清洁, 不得有脱漆、毛边等。

4.3.7 商标贴、花盒、打盒、打盒贴、纸箱等图案, 字迹要清晰鲜明, 不得漏贴、贴歪、倒贴、擦坏等。

5 试验方法

5.1 理化、感官、卫生指标试验。

5.1.1 耐热

5.1.1.1 仪器

恒温箱：1只；

培养器， $\varnothing 8\text{ cm}$ ，2只；

温度计，精度 0.2°C ：1支；

架盘天平，感量 0.001 g ：1台。

5.1.1.2 操作

油/水型发乳：预先将恒温箱调节至规定温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 将待验样品放入，保持 24 h 后立即观察膏体，应达到指标要求。

水/油型发乳：预先将恒温箱调节至规定温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，在已称量的培养皿中称取膏体约 10 g （约占培养皿面积 $1/4$ ）。刮平再精密称量至小数后二位，至 10.00 g ，斜放在烘箱内的 15° 角架上经 24 h 后取出，如有油渗出，则将膏体部分揩去，留下渗出的油份，然后将培养皿连同剩余的渗油部分进行称量，计算样品的渗油百分率。

计算：

$$\text{渗油率} = \frac{100(C - A)}{B} \dots\dots\dots (1)$$

式中：A——培养皿重量；

B——样品重量；

C——膏体揩去后，培养皿和剩留渗油的重量。

5.1.2 耐寒

5.1.2.1 仪器

冰箱：1台；

温度计，精度 0.2°C ：1支。

5.1.2.2 操作

预先将冰箱调节至 -15°C 或 -10°C ($\pm 1^{\circ}\text{C}$)，放入待验样品保持 24 h 取出，恢复室温后观察。

5.1.3 色泽

在非阳光直射下，取样品与色泽标准样品进行对比鉴定。

5.1.4 膏体结构

用目力在室内非阳光直射处进行观察。

5.1.5 pH 值试验

5.1.5.1 仪器

温度计，精度 0.2°C ：1支；

酸度计，精度±0.02 pH；1台；

烧杯 50 mL；1只；

架盘天平感量 0.001 g；1台。

5.1.5.2 操作

在烧杯中称取一份样品，加入十份经煮沸冷却后的蒸馏水，加热至 40℃，搅拌均匀冷却，在 25±1℃时，用已校正过的酸度计测定。

5.1.6 香气

取样品用嗅觉与标准样品进行对比鉴定。

5.1.7 色泽稳定性

5.1.7.1 仪器

培养皿：1只。

30 瓦紫外线灯：1只。

5.1.7.2 操作

取样品装入 φ 8 cm 培养皿中，装满刮平，用金属薄片遮盖半圆，放入 30 瓦紫外线灯铁箱中，距离 30 cm 垂直照射 6 h 观察。

5.1.8 卫生指标

5.1.8.1 汞 按 GB 7917.1 进行检验。

5.1.8.2 砷 按 GB 7917.2 进行检验。

5.1.8.3 铅 按 GB 7917.3 进行检验。

5.1.8.4 细菌总数 按 GB 7918.2 进行检验。

5.1.8.5 粪大肠菌群 按 GB 7918.3 进行检验。

5.1.8.6 绿脓杆菌 按 GB 7918.4 进行检验。

5.1.8.7 金黄色葡萄球菌 按 GB 7918.5 进行检验。

5.2 质量试验

5.2.1 仪器

架盘天平（感量 0.001 g）一台。

5.2.2 操作

取样品 10 瓶（如发生异议时，则以百件平均计算为准），用天平称量及记录，然后把瓶内发乳倒出用清水清洗干净，待瓶子干燥后，称量并记录，按下式计算 10 瓶试样的平均质量。

计算：

$$X = \frac{W_1 - W_2}{10} \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——10 瓶试样的平均质量；

W_1 ——10 瓶试样的重量；

W_2 ——10 瓶试样的皮重。

5.3 外观试验

用目力进行观察。

6 检验规则

6.1 每批产品均由生产厂按 GB 2828 进行出厂检查, 符合本标准之各项技术要求, 每批出厂产品都应附有质量合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求, 根据 GB 2828 进行检查每一批号作一次检查, 不同编号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批, 样品在提交批中随机选择 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验, 产品交货时, 必须进行出厂检验, 出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数及外观要求。

6.5 在下列情况下, 应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变, 可影响产品性能时;
- b. 正常生产时每月应进行一次周期性检验;
- c. 生产长期停产后恢复生产时;
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 规定, 为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查项目缺陷组、检查水平 (IL)、合格质量水平 (AQL), 应符合表 2 规定。

表 2

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外 观	B 类不合格品	II	2.5
2		C 类不合格品		
		冷感、破碎、不密封		
		除 B 类不合格品项目外的外观要求	II	10

注: ① 理化、感官、卫生指标应全部合格。

② AQL 是指可接受的不合格品百分率。

6.8 检查时出现不合格批, 应通知生产厂一起进行复查, 若仍不合格, 则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批应进行 100% 重检, 剔除不合格品后重新提交, 按加严检查抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时, 在连续 5 批中二批经初次检查不合格, 则以下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时, 连续 5 批经初次检查合格, 则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时, 连续 10 批正常检查合格, 则从下一批检查转到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有以下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期;
- d. 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有以下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期。

7.1.3 大包装应有以下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 装箱数量、货号、毛重;
- d. 出厂日期或批号;
- e. 包装箱规格(长×宽×高)厘米;
- f. 防潮、小心轻放、防湿倒置等。

7.2 包装

瓶子用瓦楞纸中包装,中包装内有瓦楞纸夹档,并须放入使用说明书,说明书严格按 GB 5296.3 要求编写。大包装采用双瓦楞纸,箱内应装实无空隙,并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸,按箱子箭头标志堆放,避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存于湿度不高于 38°C 的通风干燥仓库内,堆放时必须距地面 20 cm,内墙 50 cm,中间留有通道,不得倒放,切忌靠近水源或暖气,并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合规定的贮存条件

在本产品的包装完整,未经启封的条件下,瓶装产品保质期一年,散装产品保质期为九个月(特殊情况可由双方协商决定)。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由上海家用化学品厂负责起草。

本标准主要起草人薛志刚、田立波。

中华人民共和国国家标准

唇 膏

GB 11430-89

Lipstick

1 主题内容与适用范围

本标准规定了唇膏的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以油、脂、蜡、色素、荧光素、芳香物等成分复配而成的蜡状唇部用品，具有使唇部美观和防干裂等作用。

2 引用标准

- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296.3 消费品使用说明 日用化妆品使用说明
- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定
- GB 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群
- GB 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌
- GB 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

3 产品分类

- 3.1 按产品性能分为化妆唇膏和防裂唇膏。
- 3.2 按产品包装型式分为管装和盒装。

4 技术要求

- 4.1 感官、理化、卫生指标应符合表 1 要求。
- 4.2 质量公差
规定质量公差 $\pm 5\%$ 。
- 4.3 包装装潢应符合下列要求。
 - 4.3.1 选用材质应安全可靠，性能稳定，能有效地保障产品质量。

国家技术监督局 1989-07-04 批准

1990-02-01 实施

表 1

指 标 名 称		指 标
感官指标	外 观	蜡状体, 表面光泽、平滑、无气孔及异色斑点
	色 泽	均匀一致, 符合标样
	香 气	纯正, 无油脂异味, 符合规定香气
理化指标	pH 值	≤ 7
	渗 油	$38 \pm 1^\circ\text{C}$, 24 h 无渗油现象
	耐 热	$48 \pm 1^\circ\text{C}$, 24 h 无弯曲软化现象
	耐 寒	$0 \pm 1^\circ\text{C}$, 24 h 恢复室温后能正常使用
卫生指标	汞, mg/kg	≤ 1
	砷, mg/kg	≤ 10
	铅, mg/kg	≤ 40
	细菌总数, 个/克	≤ 500
	粪大肠菌群, 个/克	不得检出
	绿脓杆菌, 个/克	不得检出
	金黄色葡萄球菌, 个/克	不得检出

4.3.2 管、盒应光滑完整, 无明显裂纹, 色泽无明显差别, 松紧适宜, 旋转灵活, 不得有缺口和严重毛口现象。

4.3.3 金属质包装不应有明显锈迹、脱漆现象, 内衬垫或内衬件应清洁、平整。

4.3.4 商标及装饰件要贴正, 不得有污迹和明显歪斜, 不得有明显粘结剂痕迹。

4.3.5 小包装商标、中包装盒头(贴)等图案, 字迹要清晰、鲜明、盒头(贴)不得有漏贴、贴歪、倒贴、折坏等现象。

4.3.6 大包装要坚固, 有一定韧性, 干燥而不脆裂, 符合包装要求。

5 试验方法

5.1 感官指标试验

5.1.1 外观

取试样于室内无阳光直射处, 用目力观察。

5.1.2 色泽

取试样于室内无阳光直射处, 用目力观察。

5.1.3 香气

取试样凭嗅觉鉴定。

5.2 理化指标试验

5.2.1 pH 试验

5.2.1.1 仪器

- a. 架盘天平, 感量 0.5 g; 1 台;
- b. 酸度计, 精度 ± 0.02 pH; 1 台;
- c. 烧杯, 100 mL; 1 只。

5.2.1.2 操作

称取试样 1 份, 加 10 份经煮沸并冷却的蒸馏水于 100 mL 烧杯中, 在不断搅拌下加热, 使蜡体溶解, 然后冷却至室温, 用酸度计测定。

5.2.2 渗油试验

5.2.2.1 仪器

电热恒温箱: 1 台。

5.2.2.2 操作

预先将电热恒温箱调节至温度 $38 \pm 1^\circ\text{C}$, 将待测样品脱去套子悬空平放入恒温箱内, 24 h 后取出观察。

5.2.3 耐热试验

5.2.3.1 仪器

电热恒温箱: 1 台。

5.2.3.2 操作

预先将电热恒温箱调节至温度 $48 \pm 1^\circ\text{C}$, 将待测样品脱去套子悬空平放入恒温箱内, 24 h 后取出观察。

5.2.4 耐寒试验

5.2.4.1 仪器

冰箱: 1 台。

5.2.4.2 操作

预先将冰箱调节至 $0 \pm 1^\circ\text{C}$, 将待测样品套上盖子放入冰箱内, 24 h 后取出, 恢复室温后将样品少许涂擦于手上, 观察其使用性能。

5.3 卫生指标试验

5.3.1 汞、砷、铅有毒元素测定

按 GB 7917.1~7917.3 方法测定。

5.3.2 细菌总数、粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌测定

按 GB 7918.2~7918.5 方法测定。

5.4 质量公差试验

日常检测以 10 支平均净重计算, 如发生异意时, 以 100 支平均净重计算

5.5 包装装潢检验

以目测, 凭感官检验。

6 检验规则

6.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全项检查,符合本标准之各项技术要求,每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求,根据 GB 2828 进行检查,每一批号作一次检查,不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批,样本在提交批中任意选择 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验,产品交货时必须进行出厂检验,出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数,包装装璜要求。

6.5 在下列情况下,应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变,可能影响产品性能时;
- b. 正常生产时每月应进行一次周期性检验;
- c. 产品长期停产后恢复生产时;
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 规定,为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查项目缺陷组,检查水平 (IL)、合格质量水平 (AQL),应符合表 2 规定。

表 2

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外 观	B 类不合格品	II	2.5
2		C 类不合格品		
		破裂、滑脱、过紧、旋转失灵		
		除 B 类不合格品项目外的包装装璜要求	II	10

注: ① 理化、感官、卫生指标应全部合格。

② AQL 是指可接受的不合格品百分率。

6.8 检查时出现不合格批,应通知生产厂一起进行复查,若仍不合格,则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检,剔除不合格品后重新提交,按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时,在连续 5 批中,二批经初次检查不合格,则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时,连续 5 批经初次检查合格,则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时,连续 5 批正常检查合格,则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期。

7.1.2 中包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 装箱数量、货号、毛重;
- d. 出厂日期或批号;
- e. 包装箱规格(长×宽×高)厘米;
- f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

中包装应贴盒头签,盒内用夹档和衬纸将产品隔开,并放有说明书,说明书严格按GB 5296.3 要求编写。大包装要装实无空隙,封箱及打包应牢固,并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸,按箱子箭头标志堆放,避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存于温度不高于38°C的通风干燥仓库内,切忌靠近火源、热源,堆放时必须距离地面20 cm,内墙50 cm,中间应留有通道,按箱子箭头标志堆放,并应严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合规定的贮存条件,在本产品包装完整,未经启封的条件下,保质期为一年。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由天津日用化学厂负责起草。

本标准主要起草人刘新民、周文麟。

中华人民共和国国家标准

润 肤 乳 液

GB 11431—89

Liquid cream

1 主题内容与适用范围

本标准规定了润肤乳液的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于滋润人体皮肤的具有流动性的乳化型化妆品。

2 引用标准

- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296.3 消费品使用说明 日用化妆品使用说明
- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定
- GB 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群
- GB 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌
- GB 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

3 产品分类

乳液按色泽、香型、包装形式的不同分多种规格。

4 技术要求

- 4.1 感官指标、理化指标和卫生指标（见表1）。
- 4.2 质量要求
 - 4.2.1 瓶装产品质量极限偏差（见表2）。
 - 4.2.2 散装产品质量不低于规定质量要求。
- 4.3 外观要求
 - 4.3.1 瓶子：瓶身应光滑完整，无明显疤痕、裂纹和冷爆，色泽不得有明显差别，瓶口螺纹无中断、歪斜、毛口现象，瓶子内外清洁。

国家技术监督局 1989-07-04 批准

1990-02-01 实施

表 1

指 标 名 称		指 标		
		优级品	一级品	合格品
感官指标	色泽	符合标样		
	香气	符合标样		
	结构	细腻		
理化指标	pH 值	4.5~8.5		
	耐寒	-15℃	-10℃	-5℃
		保持 24 h, 恢复室温无油水分离现象		
	耐热		48℃保持 24 h, 恢复室温无油水分离现象	
	离心考验	一般	4 000 r/min	3 000 r/min
		粉质	2 000 r/min 旋转 30 min 不分层	
卫生指标	细菌总数	成人	≤500	≤800
		儿童	≤500	
	粪大肠菌群, 个/克		不得检出	
	绿脓杆菌, 个/克		不得检出	
	金黄色葡萄球菌, 个/克		不得检出	
	汞, mg/kg		≤1	
	砷, mg/kg		≤10	
	铅, mg/kg		≤30	≤40

表 2

质量, g	极限偏差, g
≤30	±2.0
>30~40	±2.5
>40~55	±3.0
>55~70	±3.5
>70~80	±4.0
>80	±5.0

4.3.2 瓶盖: 内外清洁不得有起泡、裂纹、脱漆、缺口、毛边等现象, 瓶盖螺丝纹完整与瓶口配合紧密, 不得漏液。

4.3.3 小包装: 商标图案应清楚、鲜明、套色整齐, 粘贴商标不得有明显歪斜(幅度不大于 2 mm)和明显粘合剂痕迹, 不得漏贴、倒贴和损坏等现象。

4.3.4 中包装: 应完整、牢固、干燥,有隔档

5 试验方法

5.1 色泽: 取试样与标样在非阳光直射下,用目测对比。

5.2 香气: 取试样擦在清洁的手上,用嗅觉与标样对比。

5.3 结构: 取试样与标样在非阳光直射下,用目测对比。

5.4 pH值

5.4.1 仪器

- a. 架盘天平,感量 0.1 g: 1 台;
- b. 酸度计,精度 ± 0.02 pH: 1 台;
- c. 烧杯, (50 mL): 1 只。

5.4.2 操作

用天平称取试样和蒸馏水搅拌均匀 (1 份试样和 10 份煮沸冷却后的蒸馏水) 加热至 $40 \pm 1^\circ\text{C}$, 并不断搅拌, 冷却到 25°C , 用酸度计测定。

5.5 耐热

5.5.1 仪器

- a. 温度计, 精度 0.5°C : 1 支;
- b. 电热恒温培养箱, 灵敏度 $\pm 1^\circ\text{C}$: 1 台。

5.5.2 操作

预先将电热恒温培养箱调节到 $48 \pm 1^\circ\text{C}$, 把包装完整的试样一瓶, 放在电热恒温培养箱内, 保持 24 h 后取出, 恢复室温观察。

5.6 耐寒

5.6.1 仪器

- a. 温度计, 精度 0.5°C : 1 支;
- b. 冰箱, 灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$: 1 台。

5.6.2 操作

预先将冰箱调节到规定温度, 把包装完整的试样一瓶放入冰箱内, 保持 24 h 后取出, 恢复室温观察。

5.7 离心考验

5.7.1 仪器

- a. 离心机, 1 台;
- b. 离心管, 刻度 10 mL: 2 支;
- c. 电热恒温培养箱, 灵敏度 $\pm 1^\circ\text{C}$: 1 台;
- d. 温度计, 精度 0.5°C : 1 支。

5.7.2 操作

将 7 mL 待验乳液灌入离心管中, 用软木塞塞好, 然后放入预先调节到 $38 \pm 1^\circ\text{C}$ 的

电热恒温培养箱内，保持 1 h 后，即移入离心机中，并将离心机调整到规定的离心速度，旋转 30 min 取出观察。

5.8 细菌总数

按 GB 7918.2 方法测定。

5.9 粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌

按 GB 7918.3~7918.5 方法测定。

5.10 汞、砷、铅

按 GB 7917.1~7917.3 方法测定。

5.11 质量

5.11.1 仪器

托盘天平，感量 0.5 g：1 台。

5.11.2 操作

取试样 10 瓶称其毛重，然后倒尽内容物，洗净烘干，称取皮重，按下式计算：

$$W = \frac{W_1 - W_2}{10}$$

式中：W——10 瓶平均重量；

W_1 ——10 瓶毛重；

W_2 ——10 瓶皮重。

6 检验规则

6.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全项检查，符合本标准之各项技术要求，每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求，根据 GB 2828 进行检查，每一批号作一次检查，不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批，样本在提交批中任意选择 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验，产品交货时必须进行出厂检验，出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数和外观要求。

6.5 在下列情况下应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变，可能影响产品性能时；
- b. 正常生产时每月应进行一次周期性检验；
- c. 产品长期停产后恢复生产时；
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 规定，为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查项目缺陷组、检查水平 (IL)、合格质量水平 (AQL)，应符合表 3 规定。

表 3

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外 观	B 类不合格品	冷爆、破碎、漏液	II
2		C 类不合格品	除 B 类不合格品项目外的外观要求	II
				2.5
				10

注：① 理化、感官、卫生指标应全部合格。

② AQL 是指可接受的不合格品百分率。

6.8 检查时出现不合格批，应通知生产厂一起进行复查，若仍不合格，则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检，剔除不合格品后重新提交，按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时，在连续 5 批中二批经初次检查不合格，则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时，连续 5 批经初次检查合格，则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时，连续 10 批正常检查合格，则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有如下标志：

- 产品名称；
- 生产厂名；
- 生产日期；
- 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有如下标志：

- 产品名称；
- 生产厂名；
- 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志：

- 产品名称；
- 生产厂名；
- 装箱数量、货号、毛重；
- 出厂日期或批号；
- 包装箱规格（长×宽×高）厘米；
- 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

瓶子用瓦楞纸中包装，中包装内有瓦楞纸夹档，并须放入使用说明书，说明书严格按 GB 5296.3 要求编写。大包装箱采用双瓦楞纸，箱内应装实、无空隙，并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内，堆放时必须距离地面 20 cm，内墙 50 cm，中间留有通道，不得倒放，切忌靠近水源或暖气，并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 本产品需防冻，因此在寒冬季节不得向严寒地区调运。

7.4.3 符合规定的贮存条件，产品在包装完整、未经启封的条件下，瓶装产品保质期优级品为三年，一级品为二年，合格品为一年，散装产品保质期为九个月（特殊情况可由双方协商决定）。

附加说明：

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由上海日用化学品二厂起草。

本标准主要起草人董大可、朱爱珍。

中华人民共和国国家标准

洗 发 液

GB 11432—89

Shampoo

1 主题内容与适用范围

本标准规定了洗发液的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以表面活性剂为主体复配而成的，具有清洁人的头皮和头发，并保持其美观作用的液体洗发用品。

2 引用标准

- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296.3 消费品使用说明 日用化妆品使用说明
- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定
- GB 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群
- GB 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌
- GB 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

3 产品分类

按洗发液的用途、外观、形态、包装、产品的功能等分成多种种类。

4 技术要求

- 4.1 理化、卫生指标（见表1）。
- 4.2 质量要求
 - 4.2.1 瓶装产品质量允许偏差（见表2）。
 - 4.2.2 散装产品质量允许偏差应不低于规定质量要求。
- 4.3 包装要求
 - 4.3.1 瓶身完整、端正、平稳、光滑，厚薄均匀，无疤痕、裂纹、变形和色泽差别，

国家技术监督局 1989-07-04 批准

1990-02-01 实施

瓶口不得有毛刺，螺纹不得中断、歪斜和毛边。

表 1

指 标 名 称		指 标		
		优级品	一级品	合格品
感官指标	外观	无异物		
	色泽	符合标样		
	香气	符合标样，香气纯正		
理化指标	pH 值	4.0~8.0		
	粘度 (25℃) Pa·s	≥0.4		
	有效物, %	≥16.0	≥16.0	≥10.0
	泡沫(40℃)mm	透 明 型	≥140	≥120
		非透明型	≥90	≥70
	耐热	48℃, 24 h	40℃, 24 h	40℃, 24 h
		没有分离、沉淀、变色现象 (注明含有不溶性粉粒、沉淀除外)		
	耐寒	-15℃, 24 h	-10℃, 24 h	-5℃, 24 h
		恢复室温样品正常		
卫生指标	清晰度(透明型)	≤5℃		
	细菌总数, 只/克	≤500	≤800	≤1000
	粪大肠菌群	不得检出		
	金黄色葡萄球菌	不得检出		
	绿脓杆菌	不得检出		
	铅, mg/kg	≤30	≤30	≤40
	汞, mg/kg	≤1	≤1	≤1
	砷, mg/kg	≤10	≤10	≤10

注：儿童洗发液细菌总数≤500 只/克。

表 2

质量, g	允许偏差, %
≤200	±4.0
>200~300	±3.5
>300~500	±3.0

4.3.2 瓶盖端正、光滑、无疤痕、裂纹、变形、毛口和色泽差别，瓶盖螺纹不得中断、歪斜、电化铝金属圈色泽均匀光洁，标志清晰完整。

4.3.3 瓶口瓶盖内外清洁,瓶盖与瓶口配合紧密,不得漏液。

4.3.4 瓶子印字清晰、端正、完整,商标纸粘贴要端正、牢固、不得有歪斜、脏迹。

4.3.5 小包装、商标、中包装等上的图案,字迹要清楚、鲜明、光整。中包装上的贴头不得有漏贴、贴歪、倒贴、损坏等现象。

5 试验方法

5.1 外观

在非直射光条件下,取样品进行目测。

5.2 色泽

取样品与标准样品在同等温度和非阳光直射条件下,和标准样品进行目测比较。

5.3 香气

用辨香纸分别蘸取样品和标准样品,用嗅觉进行辨别。

5.4 pH 值

5.4.1 仪器

- a. 温度计,精度 0.2°C ; 1 支;
- b. 酸度计,精度 $\geq 0.02 \text{ pH}$; 1 台;
- c. 烧杯, 50 mL; 1 只;
- d. 架盘天平,精度 0.001 g ; 1 台。

5.4.2 操作

在烧杯中称取 1 份样品,加入 10 份煮沸后冷却的蒸馏水,搅拌均匀,在 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 时,用已校正过的酸度计测定。

5.5 粘度

5.5.1 仪器

- a. 温度计,精度 0.2°C ; 1 支;
- b. NDJ-1 型旋转粘度计; 1 台;
- c. 高型烧杯, 200 mL; 1 只。

5.5.2 操作

取适量样品倒入 200 mL 高型烧杯中,使样品恒温 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$,用 NDJ-1 型旋转粘度计测定。测定时转子的刻度要浸入样品中,且转子壁四周无气泡,读数在旋转 1 min 数值稳定后进行(测定时使用 3 号转子,12 转速)。

5.6 有效物

5.6.1 总固体含量的测定

5.6.1.1 仪器

- a. 温度计,精度 0.2°C ; 1 支;
- b. 恒温干燥箱,灵敏度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$; 1 台;
- c. 分析天平,精度 0.0002 g ; 1 台;

d. 烧杯, 150 mL; 1 只;

e. 干燥器; 1 只。

5.6.1.2 操作

在已恒重的烧杯中精确称取样品 2 g (精确至 0.002 g) 放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱中干燥, 约 3 h 取出放入干燥器中冷却至室温, 精确称量 (精确至 0.0002 g)。

5.6.1.3 计算

洗发液总固体含量 $X_1(\%)$ 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{W_1}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——洗发液的总固体含量, %;

W_1 ——样品烘干后的质量, g;

W ——样品质量, g。

5.6.2 无机盐 (乙醇不溶物) 含量的测定

5.6.2.1 仪器

a. 温度计, 精度 0.2°C ; 1 支;

b. 分析天平, 精度 0.0002 g; 1 台;

c. 恒温干燥箱, 灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$; 1 台;

d. 水浴加热器; 1 台;

e. 古氏坩埚抽气过滤器; 1 套;

f. 量筒, 100 mL; 1 只;

g. 三角烧瓶, 250 mL; 1 只;

h. 干燥器; 1 台。

5.6.2.2 试剂

a. 无水乙醇 (化学纯);

b. 中性乙醇 95%; 取适量 95% 乙醇 (化学纯), 加入几滴酚酞指示剂, 用 0.1 N 氢氧化钠溶液滴定至微红色。

5.6.2.3 操作

取 5.6.1.2 条中烘干的样品加入 100 mL 95% 中性乙醇, 水浴加热至微沸, 取出, 轻轻搅拌, 使其尽量溶解静置沉淀后, 将上层澄清液通过已恒重之古氏坩埚抽气过滤器至一三角烧瓶中, 尽可能将沉淀物留在烧杯中, 然后将沉淀物放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱内烘去残留乙醇, 烘干后取出放入 2.5 mL 蒸馏水微热溶解, 再加入 47.5 mL 无水乙醇搅拌, 冷却至室温, 倒入古氏坩埚抽气过滤器过滤, 并用适量 95% 中性乙醇洗涤烧杯二次, 洗涤液倒入已称重之古氏坩埚内过滤, 滤液并入一三角烧瓶中, 将古氏坩埚放入干燥箱 $105 \pm 2^\circ\text{C}$, 恒温干燥 3 h, 取出放入干燥器内冷却至室温后精确称量 (精确至 0.0002 g)。

5.6.2.4 计算方法

洗发液无机盐（乙醇不溶物）含量 X_2 (%) 按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{W_2}{W} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_2 ——洗发液的无机盐含量，%；

W_2 ——古氏坩埚中残留物质量，g；

W ——样品质量，g。

5.6.3 氯化物含量测定

5.6.3.1 仪器

酸式滴定管，棕色，1支。

5.6.3.2 试剂

a. 铬酸钾指示剂，5%；

b. 硝酸银标准溶液，0.1 N。

5.6.3.3 操作

在5.6.2.3条所过滤的滤液中，滴入几滴酚酞指示剂，用酸碱溶液调节使溶液呈微红色，然后加入5%铬酸钾指示剂2~3 mL，用0.1 N 硝酸银标准溶液滴定至溶液呈砖红色为终点。

5.6.3.4 计算

洗发液氯化物含量 X_3 (%) 按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{N \times V \times 0.0585}{W} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： X_3 ——洗发液的氯化物含量，%；

N ——硝酸银标准溶液的当量浓度；

V ——硝酸银标准溶液的耗用量，mL；

W ——样品质量；

0.0585——氯化钠的克当量数。

5.6.4 有效物含量计算

洗发液有效物含量 X (%) 按式(4)计算：

$$X = X_1 - X_2 - X_3 \dots\dots\dots (4)$$

式中： X ——洗发液的有效物含量，%；

X_1 ——洗发液的总固体含量，%；

X_2 ——洗发液的无机盐含量，%；

X_3 ——洗发液的氯化物含量，%。

5.7 泡沫

5.7.1 仪器

a. 罗氏泡沫仪，1台；

b. 温度计，精度0.2℃，2支；

- c. 架盘天平, 精度 0.001 g; 1 台;
- d. 超级恒温仪; 1 台;
- e. 量筒, 100 mL; 1 只;
- f. 烧杯, 1000 mL; 1 只。

5.7.2 试剂

1500 mg/kg 硬水: 称取 7.5 g 无水硫酸镁 (MgSO_4) 和 5.0 g 无水氯化钙 (CaCl_2), 充分溶解于 500 mL 蒸馏水中。

5.7.3 操作

将超级恒温仪预热至 $40 \pm 1^\circ\text{C}$, 使罗氏泡沫仪恒温在 $40 \pm 1^\circ\text{C}$, 称取 2.5 g 样品, 加入 1500 mg/kg 硬水 100 mL 再加入蒸馏水 900 mL 加热至 $40 \pm 1^\circ\text{C}$, 搅拌, 使样品均匀溶解, 用 200 mL 定量漏斗吸取部分样液沿泡沫仪管壁冲洗一下, 然后取样液放入泡沫仪底部对准标准刻度至 50 mL, 再用 200 mL 定量漏斗吸取样液固定漏斗中心位置, 放下样液过 5 min 记下泡沫高度。

5.8 细菌总数测定

按 GB 7918.2 进行检验。

5.9 粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌测定

按 GB 7918.3~7918.5 进行检验。

5.10 铅、砷、汞测定

按 7917.1~7917.3 进行检验。

5.11 耐热

5.11.1 仪器

- a. 温度计, 精度 0.2°C ; 1 支;
- b. 恒温箱, 灵敏度 $\pm 1^\circ\text{C}$; 1 台;
- c. 试管, $\varnothing 20 \times 120 \text{ mm}$; 2 支。

5.11.2 操作

将样品分别倒入 2 支洗净干燥的试管内, 高度约 80 mm 塞上干净的软木塞, 把 1 支试管放入预先调节好试验温度的恒温箱内, 经 24 h 后取出, 恢复室温后与另一试管内样品进行目测比较。

5.12 耐寒

5.12.1 仪器

- a. 温度计, 精度 0.2°C ; 1 支;
- b. 冰箱, 灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$; 1 台;
- c. 试管, $\varnothing 20 \times 120 \text{ mm}$; 2 支。

5.12.2 操作

将样品分别倒入 2 支洗净干燥的试管内, 高度约 80 mm, 塞上干净的软木塞, 把 1 支试管放入预先调节好试验温度的冰箱内, 经 24 h 后取出, 恢复室温后与另一试管内

样品进行目测比较。

5.13 清晰度

5.13.1 仪器

- a. 温度计, 精度 0.2°C ; 1 支;
- b. 比色管, 50 mL; 1 支。

5.13.2 操作

取适量试样于 50 mL 比色管中, 冷却至试验温度时, 在非直射阳光条件下目测。

5.14 质量要求

5.14.1 仪器

架盘天平, 精度 0.001 g ; 1 台。

5.14.2 操作

取样品 10 瓶, 用天平称量并记录, 然后把瓶内洗发液倒出, 用清水清洗干净, 待瓶子干燥后, 称量并记录。

5.14.3 计算

产品内容量 $X_4(\text{g})$ 按式 (5) 计算:

$$X_4 = \frac{W_1 - W_2}{10} \dots\dots\dots (5)$$

式中: X_4 ——10 瓶试样的平均质量, g;

W_1 ——10 瓶试样的毛重, g;

W_2 ——10 瓶试样的空瓶重, g。

6 检验规则

6.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全面检查, 符合本标准之各项技术要求, 每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求, 根据 GB 2828 进行检查, 每一批号作一次检查, 不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批, 样本在提交批中任意选择 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验。产品交货时必须进行出厂检验, 出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数及外观要求。

6.5 在下列情况下应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变, 可能影响产品性能时;
- b. 正常生产时每月应进行一次周期性检验;
- c. 产品长期停产后恢复生产时;
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 规定, 为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查项目缺陷组, 检查水平 (IL)、合格质量水平 (AQL), 应符合表 3 规定。

表 3

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外 观	B 类不合格品	II	2.5
2		C 类不合格品		
		除 B 类不合格品外的外观要求	II	10

注: ① 理化、感官、卫生指标应全部合格。

② AQL 是指可接受的不合格品百分率。

6.8 检查时出现不合格批, 应通知生产厂一起进行复查, 若仍不合格, 则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检, 剔除不合格品后重新提交, 按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时, 在连续 5 批中二批经初次检查不合格, 则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时, 连续 5 批经初次检查合格, 则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时, 连续 5 批正常检查合格, 则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有如下标志

- 产品名称;
- 生产厂名;
- 生产日期;
- 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有如下标志

- 产品名称;
- 生产厂名;
- 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志

- 产品名称;
- 生产厂名;
- 装箱数量、货号、毛重;
- 出厂日期或批号;

e. 包装箱规格(长×宽×高)厘米;

f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

瓶子用瓦楞中包装,中包装内有瓦楞夹档,并须放入使用说明书,说明书严格按 GB 5296.3 要求编写。大包装箱采用双瓦楞纸,箱内应装实无空隙,并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸,按箱子箭头标志堆放,避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内,堆放时必须距离地面 20 cm,内墙 50 cm,中间留有通道,不得倒放,切忌靠近水源或暖气,并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合本标准的运输、贮存条件,本产品包装完整,未经启封的情况下,保质期为一年(特殊情况可由双方协商决定)。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由上海家用化学品厂、北京丽源日用化学厂起草。

本标准主要起草人金成强、郭建伟、薛志刚、庞洁、王凤玲、简淑珍。

中华人民共和国国家标准

化妆品通用试验方法 pH 值的测定

GB/T 13531.1—92

General methods on determination of cosmetics
—Determination of pH

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化妆品 pH 值的测定方法。

本标准适用于化妆品的测定。

2 原理

测量浸入化妆品水溶液中的玻璃电极和参考电极之间的电位差。

3 试剂

3.1 煮沸冷却后的蒸馏水，不含二氧化碳，并防止吸收二氧化碳。

3.2 从常用的缓冲溶液中选取两种以校准 pH 计。它们的 pH 值应尽可能接近试样溶液预期的 pH 值。

缓冲溶液用水(3.1)配制。

4 仪器

4.1 pH 计，包括温度补偿系统，精度 ± 0.02 pH。

4.2 玻璃电极。

4.3 电极，甘汞/饱和氯化钾型。

5 分析步骤

5.1 试样溶液的配制

称取试样 1 份（精确至 0.1 g），分数次加入经煮沸冷却后的蒸馏水（3.1）10 份，并不断搅拌，加热至 40℃，使其完全溶解，冷却至 25±1℃或室温，待用。

如为含油量较高的产品可加热至 70~80℃，冷却后去掉油块待用；粉状产品可沉淀过滤后待用。

5.2 校准

国家技术监督局 1992-06-12 批准

1993-03-01 实施

按仪器的出厂说明书,校准 pH 计,使用选择的两个标准缓冲溶液在所规定温度下校准,或在温度补偿系统下进行校准。

5.3 测定

电极,洗涤用水和标准缓冲溶液或试样溶液的温度,应调至 $25 \pm 1^\circ\text{C}$,彼此间温度越接近越好,或者同时调节至室温状态下进行。

仪器校准好后,首先用水(3.1)洗电极,然后再用试样溶液(5.1)洗。在测量容器中加入足够体积的试样溶液以使电极浸没,待到 pH 计的读数稳定 1 min,记录读数。另用 1 份新鲜试样溶液,重复此操作。

6 分析结果的表述

以两次测量的平均值为最后结果,精确到 0.1 pH。

7 精密度

两次测量值之差应 ≤ 0.1 pH 单位。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由上海市日用化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人姜慧敏、矫杨。

中华人民共和国国家标准

化妆品通用试验方法 色泽三刺激值和色差 ΔE^* 的测定

GB/T 13531.2—92

General methods on determination of cosmetics
—Determination of colour tristimulus values
and colour difference ΔE^*

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化妆品色泽三刺激值和 ΔE^* 的测定方法。

本标准适用于不添加珠光剂的化妆品的反射色和透明类化妆品透射色的颜色测定以及试样和参照样间的色差测定。

2 原理

该方法是对被测样品直接进行透射色或反射色测定，得到三刺激值，并将被测样品的明度 (L^*)、色度 (a^* 、 b^*) 与标样 (标准参数) 进行比较，得出色差 (ΔE^*) 值。

3 仪器和用具

- a. TC-PIIG 全自动测色色差计；
- b. HY-3 型恒压粉体压样器；
- c. 标准白板；
- d. 工作白板；
- e. 黑筒；
- f. 热敏打印纸；
- g. 保护盒；
- h. 液容器 (8 mm)；
- i. 样品盒；
- j. 固定架；
- k. 工作台。

4 试样的制备

4.1 反射色

国家技术监督局 1992-06-12 批准

1993-03-01 实施

4.1.1 膏霜

将样品刮入样品盒内，振荡结实，用边缘光滑的刮板（刀）刮平表面，使膏体表面不留有气泡和明显刮痕，然后擦净样品盒周围粘附的膏体，放入保护盒待测。

4.1.2 蜜、指甲油、护发素

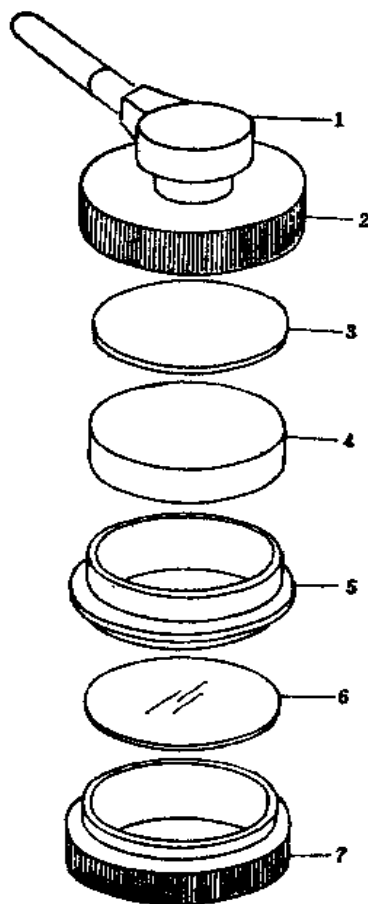
将样品慢慢倒入样品盒内至样品盒表面平齐为至，赶走表面气泡，使液体表面平整，放入保护盒待测。

4.1.3 油膏蜡制品

将样品放在水浴中加热融化，然后倒入样品盒内，使表面凝结平滑，放入保护盒待测。

4.1.4 散状粉

用 HY-3 型恒压粉体压样器制样（如下图）。在压盖中放入玻璃板（毛面朝上），然后使之与样品盒拧紧，将粉样倒入其中，振荡，使样品充实于样品盒内，然后将压块放



HY-3 型恒压粉体压样器

1—手柄 2—压样器螺母 3—底盖 4—压块
5—样品盒 6—玻璃板 7—压盖

在粉体上面，再将压样器螺母安到样品盒上旋紧，然后顺时针转动手柄至发出“咯咯”声即可。逆时针松开，压样器螺母取下压块拧上底盖，再将压样器反置，拧下压盖，取出玻璃板，样品即压制完成待测。

4.1.5 块状粉

先将块状粉捣碎成散状粉，然后同 4.1.4 制样待测。

4.2 透射色

4.2.1 水类、透明香波

小心将样品慢慢倒入液容器中，避免留有气泡和外溢，装至达液容器 3/4 处待测。

5 测定步骤

5.1 接通电源按 POWER 开关，将探头置于工作白板上，预热 1 h。

5.2 在数码器上设定仪器所附的标准白板值 (X , Y , Z) (测透射色除外) 和测定平均次数值: 2。

5.3 选定表色系 L^* 、 a^* 、 b^* 。

5.4 反射色测定

5.4.1 对仪器依次进行调零，调标准白板。

5.4.2 将选定的标样置于探头下，几秒后，按 MEASU 开关，打印出标样的颜色参量值，将其中二次制样测得的 L^* 、 a^* 、 b^* 的平均值拨入相应位置的数码器中，(也可将存档的 L^* 、 a^* 、 b^* 值直接拨入) 按下 Lab SET 开关，记录纸上即打印出输入的 L^* 、 a^* 、 b^* 值。

5.4.3 取下标样，换上待测样品，按 MEASU 开关，即打印出第一个待测样品的颜色参量值与标准样品的色差 ΔE^* 值。第二，第三…样品重复以上步骤即可。当待测样品数量多时，须在 0.5 h 后重新调零，调标准白板。如须重新设定标准样品值，按 RESET 复原。再重复以上步骤即可。

5.5 透射色测定

5.5.1 首先将数码器上的 X 、 Y 、 Z 值分别拨为 $X = 94.83$, $Y = 100.00$, $Z = 107.38$ ，将工作台和探测头一起卧放，用一适当大小的黑硬纸板放在固定架内 (挡住入射光进入积分球)，把标准白板放在探头端面，进行调零，然后拿下黑硬纸板，进行调白。

5.5.2 将白板放在探头端面，把装有标样的液容器放入固定架内，然后同 5.4.2、5.4.3 操作。

6 分析结果的表述

以两次制样测量的平均值读数 ΔE^* 为最后结果。

7 精密度

两次测量的平行误差应小于 0.50。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由上海市日用化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人沈敏、黄捷、姜慧敏。

中华人民共和国行业标准

护 发 素

ZBY 42003—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了护发素的技术要求、试验方法、验收规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于由抗静电剂、柔软剂和各种护发剂配制而成的乳状产品，用于漂洗头发，使头发有光泽且易于梳理的漂洗型护发素。

2 引用标准

- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数
- GB 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群
- GB 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌
- GB 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌
- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296 日用化妆品使用说明

3 产品分类

按护发素的用途、外观形态、包装、产品功能等分成多种种类。

4 技术要求

4.1 产品感官、理化指标符合表 1 中规定。

4.2 质量要求

4.2.1 瓶装产品质量公差

每瓶产品在 200 g 以下的质量公差 $\pm 4.0\%$

每瓶产品在 201 g~300 g 的质量公差 $\pm 3.5\%$

每瓶产品在 301 g~500 g 的质量公差 $\pm 3.0\%$

4.2.2 散装产品质量公差

散装产品质量公差应不低于产品规定质量。

中华人民共和国轻工业部 1989-06-14 批准

1989-12-01 实施

表 1

指 标 名 称	指 标		
	优 级 产 品	一 级 产 品	合 格 产 品
外观	无异物		
色泽	符合标样		
香气	符合标样		
pH 值	2.5~7.0		
粘度 (25℃, Pa·s)	≥0.4		
总固体 (%)	≥4.0		
细菌总数 (个/g)	≤500	≤800	≤1000
粪大肠菌群 (个/g)	不得检出		
绿脓杆菌 (个/g)	不得检出		
金黄色葡萄球菌(个/g)	不得检出		
汞 (mg/kg)	≤1		
砷 (mg/kg)	≤10		
铅 (mg/kg)	≤30	≤30	≤40
耐热	48℃, 24 h 恢复室温后没有分离、沉淀、变色现象。(产品注明有不溶性粉粒沉淀物除外。)		
耐寒	-15℃, 24 h	-10℃, 24 h	-5℃, 24 h
	恢复至室温后能正常使用, 且不得有分离现象。		

4.3 包装要求

4.3.1 瓶身完整、端正、平稳、光滑、薄厚均匀、无疤痕、裂纹、变形和色泽差别, 瓶身不得有毛刺。

4.3.2 瓶口端正、光滑、无疤痕、裂纹、变形、毛口和色泽差别, 瓶盖螺纹不得有中断、歪斜, 电化铝金属圈色泽均匀、光亮, 标志清晰完整。

4.3.3 瓶身瓶盖内外清洁, 瓶身与瓶盖配合紧密, 不得漏液。

4.3.4 瓶子上的印子要清楚、完整, 商标粘贴要端正、牢固, 不得有歪斜和脏迹。

4.3.5 小包装、商标、中包装等上的图案、字迹要清楚、鲜明、完整。中包装上的贴头不得有漏贴、贴歪、倒贴折坏等现象。

5 试验方法

5.1 外观

取样品在非直射光条件下进行目测。

5.2 色泽

取样品和标准样品在同等温度、非直射光条件下进行目测对比。

5.3 香气

用辨香纸分别蘸取样品和标准样品，用嗅觉进行对比。

5.4 pH 值

5.4.1 仪器

温度计 精度 0.2℃	1 只
酸度计 精度 ±0.02 pH	1 台
架盘天平 精度 0.001 g	1 台
烧杯 容量 50 ml	1 只

5.4.2 操作

在烧杯中称取样品一份，加入已煮沸并冷却的蒸馏水十份，搅拌均匀后在温度 25℃ 时用已校正过的酸度计测定。

5.5 粘度

5.5.1 仪器

温度计 精度 0.2℃	1 支
NDJ—1 型旋转型粘度计	1 台
高型烧杯 容量 200 ml	1 只

5.5.2 操作

取适量样品倒入 200 ml 高型烧杯中，使样品恒温至 25±1℃，用 NDJ—1 型旋转型粘度计测定，测定时使用三号转子，12 转速，转子的刻度要浸入样品中且转子壁四周无气泡，读数在转子旋转 1 分钟后数值稳定时进行。

5.6 总固体

5.6.1 仪器

温度计 精度 0.2℃	1 支
恒温干燥箱 灵敏度 ±1℃	1 台
分析天平 精度 0.0001 g	1 台
烧杯 容量 100 ml	1 只

5.6.2 操作

在已恒重的 100 毫升烧杯中精确称取样品 2 g（精确至 0.0002 g）放入 105℃ 恒温干燥箱内烘 3 h，取出放入干燥器内冷却至室温后迅速称量。

5.6.3 计算方法

护发素总固体含量 X_1 (%) 按式 (1) 计算

$$X_1 = \frac{W_1}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中， X_1 ——护发素总固体含量，%；

W_1 ——样品烘 3 小时后的质量，g；

W ——样品质量, g。

5.7 细菌总数

按 GB 7918.2 测定。

5.8 粪大肠菌群

按 GB 7918.3 测定。

5.9 绿脓杆菌

按 GB 7918.4 测定。

5.10 金黄色葡萄球菌

按 GB 7918.5 测定。

5.11 汞

按 GB 7917.1 测定。

5.12 砷

按 GB 7917.2 测定。

5.13 铅

按 GB 7917.3 测定。

5.14 耐热

5.14.1 仪器

温度计	精度 0.2℃	1 支
恒温箱	灵敏度±1℃	1 台
试管	Ø20×130 mm	2 支

5.14.2 操作

将样品分别倒入二支干燥清洁的试管内, 高度约 80 mm, 塞上干净的软木塞, 把一支待验的试管放入预先调节好试验温度的恒温箱内 24 h, 取出恢复至室温后与另一支试管内的样品进行对比。

5.15 耐寒

5.15.1 仪器

温度计	精度 0.2℃	1 支
冰箱	灵敏度±2℃	1 台
试管	Ø20×130 mm	2 支

5.15.2 操作

将样品分别倒入二支干燥清洁的试管内, 高度约 80 mm, 塞上干净的软木塞, 把一支待验的试管放入预先调节好试验温度的冰箱内 24 h, 取出恢复至室温后与另一支试管内的样品进行对比。

5.16 质量要求

5.16.1 仪器

架盘天平	精度 0.001 g	1 台
------	------------	-----

5.16.2 操作

取样品 10 瓶，分别用架盘天平称量并记录，然后把瓶内的试样倒出并用清水清洗瓶子。待瓶子干燥后分别称量并记录。

5.16.3 计算方法

产品质量 X_2 (g) 按式 (2) 计算

$$X_2 = \frac{\sum_{i=1}^{n=10} (W_I - W_i)}{10} \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_2 ——产品的平均质量，g；

W_I ——产品的包装总质量，g；

W_i ——产品的包装瓶质量，g。

6 检验规则

6.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全项检查，符合本标准之各项技术要求，每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求，根据 GB 2828 进行检查，每一批号作一次检查，不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批，样本在提交批中任意选择的 3~5 箱产品，从中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验，产品交货时必须进行出厂检验，出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数和外观要求。

6.5 在下列情况下，应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时；
- b. 正常生产时，每月应进行一次周期性检验；
- c. 产品长期停产后恢复生产时；
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 规定，为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查项目缺陷组，检查水平 (IL)，合格质量水平 (AQL)，应符合表 2 规定。

表 2

序 号	类 别		项 目	IL	AQL
1	外 观	重不合格品	破碎、漏液	II	2.5
2		轻不合格品	除重不合格项目外的外观要求	II	10

注：感官、理化、卫生指标应全部合格。

6.8 检查时, 出现不合格批, 应通知生产厂一起进行复查, 若仍不合格, 则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检, 剔除不合格品后, 重新提交按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时, 在连续五批中有二批经初次检查不合格, 则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时, 连续五批经初次检查合格则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时, 连续十批正常检查合格, 则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期;
- d. 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 装箱数量、货号、毛重;
- d. 出厂日期或批号;
- e. 包装箱规格 (长×宽×高) cm;
- f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

瓶子用瓦楞纸包装, 中包装内有瓦楞夹档, 并须放入使用说明书, 说明书严格按 GB 5296《日用化妆品使用说明》要求编写。大包装箱采用双瓦楞纸, 箱内应装实无空隙, 并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸, 按箱子箭头标志堆放, 避免剧烈震动、撞击和日晒、雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内, 堆放时必须距离地面 20 cm、内

墙 50 cm, 中间留有通道, 不得倒放, 切忌靠近水源或暖气, 并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合规定条件的本产品包装完整, 未经启封的情况下, 保质期为 1 年 (遇特殊情况可由双方协商决定)。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部日用化学工业局提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由北京丽源日用化学厂庞洁、王凤玲、简淑珍, 上海家用化学品厂金成强、郭建伟、薛志岗起草。

中华人民共和国行业标准

化 妆 粉 饼

ZBY 42004—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粉饼的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于面部化妆用粉饼。

2 引用标准

- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数
- GB 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群
- GB 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌
- GB 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌
- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296 日用化妆品使用说明

3 产品分类

粉饼按包装形式分铝盒袋、塑盒袋、筒装等。

4 技术要求

4.1 感官指标、理化指标和卫生指标应符合表1中规定。

4.2 质量要求

每块粉块净重质量公差规定：

10~15 g ± 1 g

16~20 g ± 1.5 g

21~25 g ± 2 g

4.2 包装装潢要求

4.2.1 盒面应无明显擦毛、拉丝、露底，色泽应均匀符合标样。商标字样图案清晰、完整，标贴符合标样。

表 1

指 标 名 称		指 标		
		优 级 产 品	一 级 产 品	合 格 产 品
感 官 指 标	色泽	符合标准		
	香气	符合标准		
	块型	表面应完整,不得有缺角、裂缝、无粗糙、松紧不均等情况		
化 学 指 标	牢固度	粉块不碎裂		
	涂擦性能	油块 $\leq 1/6$ 粉块	油块 $\leq 1/4$ 粉块	油块 $\leq 1/4$ 粉块
	均匀度	颜料及粉质分布均匀,无明显斑点		
	pH 值	6~9		
卫 生 指 标	细菌总数 (个/g)	≤ 500	≤ 800	≤ 1000
	粪大肠菌群 (个/g)	不得检出		
	绿脓杆菌 (个/g)	不得检出		
	金黄色葡萄球菌	不得检出		
	铅 (mg/kg)	≤ 20	≤ 30	≤ 40
	砷 (mg/kg)	≤ 10	≤ 10	≤ 10
	汞 (mg/kg)	≤ 1	≤ 1	≤ 1

4.3.2 镜面应清晰,与粉盒配合牢固。

4.3.3 粉盒开启和关闭应灵活,粉块安放平正,盒内玻璃纸不外露。

4.3.4 粉扑与标样一致。

4.3.5 小包装、中包装、盒头(贴)等图案,字迹要清晰、鲜明、完整。

5 试验方法

5.1 理化指标

5.1.1 牢固度

包装完整的成品离地面 1 米,使盒面与地面平行,一次性自然垂直落在木板面上,盒内粉块不碎裂。

5.1.2 涂擦性能

5.1.2.1 仪器

恒温培养箱($\pm 0.5^\circ\text{C}$)

1 台

5.1.2.2 操作程序

将试样盒打开,置入 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温箱中,保持 24 h 后取出,回复 25°C 后用粉扑在块面不断轻擦,随时吹去粉粒观察块面是否有油块或松碎。

5.1.3 均匀度

取粉块在白色道林纸上擦过，观察擦痕色彩是否均匀。

5.1.4 pH 值

5.1.4.1 仪器

托盘天平 感量 0.1 g	1 台
pH 酸度计	1 架
温度计 0.5 分度	1 支
电炉、烧杯等	

5.1.4.2 操作程序

取试样 2 g，用蒸馏水 20 ml 调和加热至 40℃，滤去不溶物，滤液冷却至 25℃，用 pH 计测定。

5.1.5 质量

5.1.5.1 仪器

托盘天平 感量 0.5 g	1 台
---------------	-----

5.1.5.2 操作程序

取出粉块 10 块、用天平称重，按下式计算：

$$\bar{W} = \frac{W}{10}$$

式中： \bar{W} ——每块平均质量，g；

W ——总质量，g。

5.2 卫生指标

5.2.1 重金属测定

汞 按 GB 7917.1 进行测定。

砷 按 GB 7917.2 进行测定。

铅 按 GB 7917.3 进行测定。

5.2.2 细菌总数，粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌的测定

细菌总数 按 GB 7918.2 进行测定。

粪大肠菌群 按 GB 7918.3 进行测定。

绿脓杆菌 按 GB 7918.4 进行测定。

金黄色葡萄球菌 按 GB 7919.5 进行测定。

5.3 感官指标

5.3.1 香气

用嗅觉鉴定。

5.3.2 色泽

取试样在室内无阳光直射处用目力观察与标准样品比较。

5.3.3 块形

符合标样。

6 检验规则

6.1 每批产品均由生产厂按 GB 2828 进行出厂检查,符合本标准之各项技术要求,每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求,根据 GB 2828 进行检查,每一批号作一次检查,不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批,样本在提交批中任意选择的 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验,产品交货时必须进行出厂检验,出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数和外观要求。

6.5 在下列情况下,应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时;
- b. 正常生产时,每月应进行一次周期性检验;
- c. 产品长期停产后恢复生产时;
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查项目缺陷组,检查水平 (IL),合格质量水平 (AQL),应符合表 2 规定。

表 2

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外	重不合格品	II	2.5
2	观	轻不合格品	II	10
		除重不合格品项目外的外观要求	II	10

注:理化、感官、卫生指标应全部合格。

6.8 检查时,出现不合格批,应通知生产厂一起进行复查,若仍不合格,则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检,剔除不合格品后,重新提交,按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时,在连续五批中有二批经初次检查不合格,则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时,连续五批经初次检查合格则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时,连续十批正常检查合格,则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期;
- d. 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 装箱数量、货号、毛重;
- d. 出厂日期或批号;
- e. 包装箱规格(长×宽×高)cm;
- f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

7.2.1 中包装应贴盒头签,盒内用夹档和衬纸将产品隔开,并放有说明书,说明书严格按 GB 5296 要求编写。大包装要装实,无空隙,封箱及打包应牢固,并放有产品合格证。

7.2.2 纸箱含水量不得超过 25%。

7.3 运输

必须轻装轻卸,按箱子箭头标志堆放,避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在通风干燥仓库内,堆放时必须距离地面 20 cm、内墙 50 cm,中间留有通道,不得倒放,切忌靠近水源或暖气,并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合规定的贮存条件,在本产品的包装完整、未经启封的条件下,保质期为一年(特殊情况可由双方协商决定)。

附加说明:

本标准由轻工业部日用化学工业局提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由上海日用化学品厂姚基标、陈友玲、沈阳日化厂纪宝春起草。

中华人民共和国行业标准

染发水、染发粉

ZBY 42005—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了染发水、染发粉的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以氧化剂和氧化染料组成的永久性染发水及染发粉。

2 引用标准

GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅

GB 5296 日用化妆品使用说明

GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表。

3 产品分类

按产品剂型分为水剂和粉剂两种。

4 技术要求

4.1 感官、理化、卫生指标应符合表 1 要求

表 1

指 标 名 称		指 标	
		水 剂	粉 剂
色 泽 pH	染剂	棕黑色液体	灰色或类灰色粉末
	氧化剂	微黄色透明液体	
	染剂	8.0~10.0	—
	氧化剂	2.0~3.0	
染色能力		白发染黑	
氧化剂浓度 %		4~7	—
铅 mg/kg		≤40	

4.2 外观要求

4.2.1 瓶体应端正、无破碎及明显气泡，每批色泽应一致。

中华人民共和国轻工业部 1989-06-14 批准

1989-12-01 实施

4.2.2 瓶盖应色泽鲜明光洁、无裂纹。瓶塞需密封瓶口，并与瓶口松紧适度，瓶盖与瓶口应相互吻合，不滑口，不漏料。

4.2.3 商标、小包装、中包装、盒贴、说明书等图案字迹要清晰、鲜明，商标不得有漏贴、倒贴、贴歪、折坏等现象。

4.3 质量要求见表 2。

表 2

质 量 (g)	极 限 偏 差 (g)
≤10	±0.5
>10~20	±1
>20	±3

5 试验方法

5.1 色泽

在非阳光直射下，目测与标准比较。

5.2 pH 值

5.2.1 仪器

酸度计 精度±0.02 pH 一台
烧杯 100 ml 二只
天平 感量 0.1 g 一台

5.2.2 操作

分别称取氧化剂或染剂约 30~50 g 于 100 ml 烧杯中，在 25℃ 下搅拌均匀，用酸度计测定。

5.3 染色能力

5.3.1 仪器

烧杯 50 ml 二只
量杯 10 ml 一只
感量天平 感量 0.1 g 一台

5.3.2 试样

洗净之白发或羊毛 0.3 g。

5.3.3 操作

5.3.3.1 水剂型

量取氧化剂及染发剂各 10 ml，一并倒入烧杯内，搅拌均匀，将 0.3 g 白发用水浸湿后放入烧杯内，浸染 30 分钟后取出，用自来水漂洗干净，凉干后观察。

5.3.3.2 粉剂型

称取染发粉 0.3 g 于 50 ml 烧杯中，加自来水 10 ml，搅拌成浆状后，将 0.3 g 白发用水浸湿后放入烧杯内，浸染 30 分钟后取出，用自来水漂洗干净，凉干后观察。

5.4 氧化剂含量测定

5.4.1 仪器、药品

精密天平	0.0001 g	一台
吸液管	1 ml	一支
三角烧瓶	150 ml	一只
硫酸	1:1	
高锰酸钾	0.1 N	
酚酞指示剂		

5.4.2 操作

用吸液管吸 1 ml 双氧水溶液样品于 150 ml 三角烧瓶中，然后加 10 ml 蒸馏水和 10 ml 1:1 硫酸，摇匀，以酚酞作指示剂，用 0.1 N 高锰酸钾滴定至显粉红色。

5.4.3 计算

$$\text{H}_2\text{O}_2\% = 0.01701 \times N \times V \times 100\%$$

式中：0.01701—— H_2O_2 克当量；

N ——高锰酸钾当量浓度；

V ——高锰酸钾耗用量，ml。

5.5 铅含量按 GB 7917.3 测定。

5.6 外观检验

以目测凭感官检验

5.7 质量要求检验

日常检测以十瓶平均净重计算，如发生异意时，以百瓶平均净重计算为准。

6 检验规则

6.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全项检查，符合本标准之各项技术要求，每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求，根据 GB 2828 进行检查，每一批号作一次检查，不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批，样本在提交批中任意选择的 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验，产品交货时必须进行出厂检验，出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数和外观要求。

6.5 在下列情况下，应进行型式检验：

- 当原料、工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时；
- 正常生产时，每月应进行一次周期性检验；
- 产品长期停产后恢复生产时；

- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
 e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。
 6.6 本标准按 GB 2828 规定，为二次正常检查抽样方案。
 6.7 出厂检查项目缺陷组，检查水平 (IL)，合格质量水平 (AQL)，应符合表 3 规定。

表 3

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外	B 类不合格品	II	2.5
2	观	C 类不合格品	II	10

注：理化、感官、卫生指标应全部合格。

6.8 检查时，出现不合格批，应通知生产厂一起进行复查，若仍不合格，则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检，剔除不合格品后，重新提交按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时，在连续五批中二批经初次检查不合格，则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时，连续五批经初次检查合格则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时，连续十批正常检查合格，则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装及花盒上应有如下标志：

- 产品名称；
- 生产厂名；
- 生产日期；
- 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有如下标志

- 产品名称；
- 生产厂名；
- 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志

- 产品名称；
- 生产厂名；

- c. 装箱数量、货号、毛重;
- d. 出厂日期或批号、保质期;
- e. 包装箱规格 (长×宽×高) cm;
- f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

每瓶 (袋) 外应有小花盒包装, 并须放入阐述使用方法和注意事项的说明书, 说明书严格按 GB 5296 要求编写。中包装纸盒采用黄板纸, 大包装箱采用双瓦楞纸, 箱内应装实无空隙, 并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸, 按箱箭头标志堆放, 避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内, 不得靠近水源和暖气; 堆放时, 必须离地面 20 cm、内墙 50 cm, 中间应留有通道, 按箱子箭头标志堆放, 不得倒放, 并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合规定的贮存条件, 在本产品的包装完整, 未经启封的条件下, 保质期为一年。

附加说明:

本标准由轻工业部日用化学工业局提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由天津第一日用化学厂、北京日用化学五厂起草。

本标准主要起草人: 李函英, 殷兆芬。

中华人民共和国行业标准

染发乳液

ZBY 42006—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了染发乳液的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于染发用乳剂类产品。

2 引用标准

- GB 7917 化妆品卫生化学标准检验方法
- GB 7918 化妆品微生物标准检验方法
- GB 5296 日用化妆品使用说明
- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表

3 技术要求

3.1 感官、理化、卫生指标应符合表1要求。

3.2 外观要求

3.2.1 容器 容器应光滑、完整、无明显疤痕、裂缝和冷爆，色泽无明显差别，瓶口不得有缺口和严重毛口，容器口内外要清洁干燥，不得有明显歪斜和明显粘合迹。

3.2.2 盖塞 内外要清洁，不得有明显拉丝、脱漆、缺口，盖内衬垫应清洁平整，螺纹应旋紧，不得歪斜、渗漏。

3.2.3 包装 花盒、商标、中盒贴图案字迹清晰、鲜明、商标不得有漏贴、倒贴、歪贴、折坏现象。

3.3 质量要求见表2。

4 试验方法

4.1 感官指标测定

4.1.1 色泽 取试样与标准样在非阳光直射下，目测对比。

4.1.2 香气 取试样擦在清洁的手上，用嗅觉与标样对比。

4.1.3 结构 取试样与标样在阳光直射下，目测对比。

4.2 理化指标测定

4.2.1 耐热

表 1

指 标 名 称		指 标
感官指标	色泽	符合标样
	香气	符合标样
	结构	细腻
理化指标	耐热	48±1℃, 6 h, 恢复室温后, 无油水分离
	耐寒	-10℃, 24 h, 恢复室温后, 无油水分离
	离心试验	2500 转/分, 经 10 min 后, 无分离、粗粒、沉淀
	pH 值	3.0~8.5
卫 生 指 标	汞 mg/kg	≤1
	砷 mg/kg	≤10
	铅%	≤1
	细菌总数 个/g	≤1000
	粪大肠菌群 个/g	不得检出
	绿脓杆菌 个/g	不得检出
	金黄色葡萄球菌 个/g	不得检出

表 2

质 量 g	极 限 偏 差 g
<30	±2
≥31~55	±3
≥56~80	±4
>80	±5

4.2.1.1 仪器

电热恒温培养箱

一台

4.2.1.2 操作

预先将电热恒温培养箱调节到 48±1℃, 把包装完整的试样一瓶, 放在电热恒温培养箱内, 保持 6 h 后取出, 恢复室温观察。

4.2.2 耐寒

4.2.2.1 仪器

冰箱

一台

4.2.2.2 操作

预先将冰箱调节到规定温度, 把包装完整的试样一瓶, 放入冰箱内保持 24 h 取出,

恢复至室温后观察。

4.2.3 离心试验

4.2.3.1 仪器

离心机	一台
离心管 (10 ml 尖底刻度试管)	二支
电热恒温培养箱	一台

4.2.3.2 操作

将 7 ml 待验乳液灌入离心管中,用软木塞塞紧,然后放入预先调节到 $38 \pm 1^\circ\text{C}$ 的电热恒温培养箱内,保持 1 h 后,立即移入离心机中,并将离心机调整到规定离心速度,旋转 10 min,取出观察。

4.2.4 pH 值

4.2.4.1 仪器

架盘天平	感量 0.5 g	一台
酸度计	精度 ± 0.02 pH	一台
烧杯	100 ml	一只

4.2.4.2 操作

称取试样一份,加十份经煮沸并冷却的蒸馏水于 100 ml 烧杯中,加热至 40°C ,并不断搅拌,使其溶解,然后冷却至室温,用酸度计测定。

4.3 卫生指标测定

4.3.1 汞、砷、铅测定

按 GB 7917 测定。

4.3.2 细菌总数、粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌测定

按 GB 7918 测定。

4.4 外观检验

以目测,凭感官检验。

4.5 质量要求检验

日常检测以十瓶平均净重计算,如发生异议时,以百瓶平均净重计算为准。

6 检验规则

5.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全项检查,符合本标准之各项技术要求,每批出厂产品都应附有合格证。

5.2 订货单位有权按本标准技术要求,根据 GB 2828 进行检查,每一批号作一次检查,不同批号分别检查。

5.3 产品以一次收货数量为一批,样本在提交批中任意选择的 3~5 箱中抽取。

5.4 产品检验分出厂检验和型式检验,产品交货时必须进行出厂检验,出厂检验项目包括理化指标、感官指标、卫生指标中的细菌总数和外观要求。

5.5 在下列情况下, 应进行型式检验

- a. 当原料、工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时;
- b. 正常生产时, 每月应进行一次周期性检验;
- c. 产品长期停产后恢复生产时;
- d. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.6 本标准按 GB 2828 规定, 为二次正常检查抽样方案。**5.7 出厂检查项目缺陷组, 检查水平(IL), 合格质量水平(AQL), 应符合表 3 规定。****表 3**

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外	B 类不合格品	II	2.5
2	观	C 类不合格品	II	10

注: 理化、感官、卫生指标应全部合格。

5.8 检查时出现不合格批, 应通知生产厂一起进行复查, 若仍不合格, 则该批产品为不合格批。**5.9 不合格批产品应进行 100% 重检, 剔除不合格品后重新提交, 按加严抽样方案进行检查。****5.10 转移规则****5.10.1 正常检查时, 在连续五批中二批经初次检查不合格, 则从下一批检查转到加严检查。****5.10.2 加严检查时, 连续五批经初次检查合格则从下一批检查转到正常检查。****5.10.3 正常检查时, 连续十批正常检查合格, 则从下一批检查转移到放宽检查。****6 标志、包装、运输、贮存****6.1 标志****6.1.1 小包装应有如下标志:**

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期;
- d. 使用说明及注意事项。

6.1.2 中包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 生产日期。

6.1.3 大包装应有如下标志:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名;
- c. 装箱数量、货号、毛重;
- d. 出厂日期或批号、保质期;
- e. 包装箱规格 (长×宽×高)cm;
- f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

6.2 包装

玻璃瓶者用瓦楞中盒, 盒内有瓦楞夹档, 箱内要装实、无空隙, 且放有产品合格证, 并须放入阐述使用方法和注意事项的说明书, 说明书严格按 GB 5296 要求编写, 大包装采用双瓦楞纸。

6.3 运输

必须轻装轻卸, 按箱子箭头标志堆放, 避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

6.4 贮存

6.4.1 应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内, 不得靠近水源和暖气, 堆放时必须离地面 20 cm、内墙 50 cm, 中间应留有通道, 按箱子箭头标志堆放, 不得倒放, 并严格掌握先进先出原则。

6.4.2 符合规定的贮存条件, 在本产品的包装完整, 未经启封的条件下, 保质期为一年。

附加说明:

本标准由轻工业部日用化学工业局提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由广州化妆品厂、苏州月中桂日化厂起草。

本标准主要起草人: 阮庭辉、张雅吉。

中华人民共和国行业标准

指甲油

ZBY 42007—89

1 主要内容与适用范围

本标准规定了指甲油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于涂刷指甲用的指甲油。

2 引用标准

- GB 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞
- GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷
- GB 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅
- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 5296 日用化妆品使用说明

3 产品分类

可分成透明指甲油、有色指甲油、珠光彩色指甲油，按色泽、珠光、彩色、装璜的不同分多种规格。

4 技术要求

4.1 感官、理化指标见表1

4.2 包装要求

4.2.1 瓶身应光滑端正，瓶口、瓶颈不得歪斜，瓶盖、瓶口严格密封。

4.2.2 塑盖、塑柄色泽要按标准样品，不得有明显的黑点、毛边，罗线不得断裂，塑衬要塞好。

4.2.3 商标色泽要按标准留样，字迹清楚，不得印刷套歪、漏印、切歪等。

4.2.4 商标粘贴端正，印刷字迹清楚，色别贴不得遗漏，不得有粘合剂痕迹。

4.2.5 笔刷与塑盖应紧密配合，不得松动。

5 试验方法

5.1 感官、理化指标

5.1.1 色泽

中华人民共和国轻工业部 1989-06-14 批准

1989-12-01 实施

表 1

指 标 名 称	指 标
色泽	符合标样
干燥度	$\leq 10 \text{ min}$
牢固度	无脱落
粘度 (25℃)	60~160 s
铅 (mg/kg)	≤ 30
汞 (mg/kg)	≤ 1
砷 (mg/kg)	≤ 10
质量要求 (十瓶平均计)	$\leq 10 \pm 1 \text{ g}$ $> 10 \pm 2 \text{ g}$

取试样与标样在非阳光直射下用目测对比。

5.1.2 干燥度

5.1.2.1 仪器

温度计 精度 0.2℃ 一支
 马口铁皮 规格 100×100 mm(或载玻片) 一张
 秒表 一只

5.1.2.2 操作

在室温下 (20±5℃) 用笔刷将指甲油样品涂在事先用溶剂醋酸乙酯擦洗干净的马口铁皮上, 涂刷时将笔刷蘸满指甲油, 一次性涂刷于马口铁上, 然后按动秒表, 待其干后, 再按动秒表, 则读得其时间。

5.1.3 牢固度

5.1.3.1 仪器

温度计 精度 0.2℃ 一支
 马口铁皮 规格 100×100 mm(或载玻片) 一张
 不锈钢尺 规格 150 mm 一把
 绣花针 长 9 号 一枚

5.1.3.2 操作

用笔刷将指甲油涂刷在事先用溶剂醋酸乙酯擦洗清洁干燥的马口铁皮上, 在 20±5℃ 条件下, 涂一层后放置 24 小时, 用绣花针划成横五条、竖五条, 每条间隔为 1 mm 观察。

5.1.4 粘度

5.1.4.1 仪器

温度计 精度 0.2℃ 一支
 秒表 一只

涂—4 粘度计	一台
烧杯 200 ml	一只

5.1.4.2 操作

试验应在 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 的条件下进行, 调整粘度计保持水平位置, 将试样搅拌均匀注入粘度杯, 同时用一手指堵住流出孔, 注满后用一玻璃棒在杯上刮平, 放开手指, 用承受杯承接, 同时开动秒表, 试样呈线条流出, 线条断后即按动秒表, 测得时间即代表其粘度。

5.1.5 汞、砷、铅测定

按 GB 7917.1、GB 7917.2、GB 7917.3 进行测定。

5.1.6 质量要求

5.1.7.1 仪器

天平 精度 0.001 g	一台
烧杯 200 ml	一只

5.1.7.2 操作

将试样瓶分别用天平称量, 并记录质量, 然后把试样中的指甲油倒入 200 ml 烧杯, 用去光水冲洗, 待干后再称其瓶子质量, 计算出相应的质量差, 取其平均值。

$$\bar{W} = \frac{\sum_{i=1}^{n-10} (W_i - w_i)}{10}$$

式中: \bar{W} ——十瓶平均质量, g;

W_i ——某一件样品的质量, g;

w_i ——某一件样品的容器质量, g。

6 检验规则

6.1 每批产品均应由生产厂按 GB 2828 进行全项检查, 符合本标准之各项技术要求, 每批出厂产品都应附有合格证。

6.2 订货单位有权按本标准技术要求, 根据 GB 2828 进行检查, 每一批号作一次检查, 不同批号分别检查。

6.3 产品以一次收货数量为一批, 样本在提交批中任意选择的 3~5 箱中抽取。

6.4 产品检验分出厂检验和型式检验, 产品交货时必须进行出厂检验, 出厂检验项目包括理化指标、感官指标及包装要求。

6.5 在下列情况下, 应进行型式检验。

- 当原料、工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时;
- 正常生产时, 每月应进行一次周期性检验;
- 产品长期停产后恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.6 本标准按 GB 2828 规定, 为二次正常检查抽样方案。

6.7 出厂检查缺陷组, 检查水平 (IL), 合格质量水平 (AQL), 应符合表 2 规定。

表 2

序 号	类 别	项 目	IL	AQL
1	外	B 类不合格品	II	2.5
2	观	C 类不合格品	II	10

注: 理化、感官、卫生指标应全部合格。

6.8 检查时, 出现不合格批, 应通知生产厂一起进行复查, 若仍不合格, 则该批产品为不合格批。

6.9 不合格批产品应进行 100% 重检, 剔除不合格品后, 重新提交, 按加严抽样方案进行检查。

6.10 转移规则

6.10.1 正常检查时, 在连续五批中有二批经初次检查不合格, 则从下一批检查转到加严检查。

6.10.2 加严检查时, 连续五批经初次检查合格则从下一批检查转到正常检查。

6.10.3 正常检查时, 连续十批正常检查合格, 则从下一批检查转移到放宽检查。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 小包装应有如下标志:

- 产品名称;
- 生产厂名;
- 生产日期;
- 使用说明及注意事项。

7.1.2 中包装应有如下标志:

- 产品名称;
- 生产厂名;
- 生产日期。

7.1.3 大包装应有如下标志:

- 产品名称;
- 生产厂名;
- 装箱数量、货号、毛重;
- 出厂日期或批号;
- 包装箱规格 (长×宽×高) cm;

f. 防潮、小心轻放、防止倒置等。

7.2 包装

成品用中包装包装，中包装应贴盒头签，盒内用夹档和衬纸将产品隔开，并放有说明书，说明书严格按 GB 5296 要求编写，大包装要装实，无空隙，封箱及打包牢固，并放有产品合格证。纸箱的含水量不得超过 25%。

7.3 运输

必须轻装轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 35℃ 的通风干燥仓库内，堆放时必须距离地面 20 cm、内墙 50 cm，中间留有通道，不得倒放。切忌靠近水源或暖气，并严格掌握先进先出原则。

7.4.2 符合规定的贮运条件，本产品包装完整、未经启封的情况下，保质期为一年(特殊情况可由双方协商解决)。

附加说明:

本标准由轻工业部日用化学工业局提出。

本标准由上海日用化学工业研究所归口。

本标准由上海家用化学品厂起草。

中华人民共和国行业标准

发用摩丝

QB 1643—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了发用摩丝产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以高分子聚合物为主要原料的发泡定型护发剂，用于固定发型及保护、修饰美化发型。

2 引用标准

GB/7917 化妆品卫生化学标准检验方法

GB/3042 包装容器 喷雾罐

GB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

GB/T 1684 化妆品检验规则

3 产品分类

3.1 术语

发用摩丝 (Hair Mousse)——用于头发造型及护理头发之发用泡沫制品。

3.2 按发用摩丝使用功能分为定型摩丝和护发摩丝。

4 技术要求

发用摩丝所用喷雾罐、气雾阀应符合 GB 13042 有关要求，并具有生产厂家的出厂合格证方可使用。

4.1 理化指标

理化指标应符合下表要求

项 目	指 标 要 求
外 观	具有芳香气味的白色或淡黄色均匀泡沫，手感细腻，富有弹性
香 气	符合规定之香型
pH 值	3.5~8.0
耐热性能	在 40℃ 恒温 24 h，恢复室温能正常使用
耐寒性能	在 0℃ 保持 24 h，恢复室温能正常使用
总固体%	标准值±0.5
残留物%	≤5
泄漏试验	在 50℃ 恒温水浴中试验，不得有泄漏现象
内压力 MPa	在 25℃ 恒温水浴中试验 < 0.8

中华人民共和国轻工业部 1993-01-15 批准

1993-09-01 实施

4.2 有毒物质不得超过下表限量

项 目	指 标 要 求
汞 mg/kg	1
铅 (以铅计) mg/kg	40
砷 (以砷计) mg/kg	10
甲醇 %	0.2

4.3 质量要求

每瓶产品质量允许公差为±5%。

5 试验方法

5.1 外 观

按产品使用方法喷出试样,用目测感官检验。

5.2 香 气

将产品按使用方法喷于洁净玻璃片上,间歇嗅之,鉴别其香气是否符合规定之香型。

5.3 pH 值

在烧杯中称取样品 1 份,放入煮沸并冷却的蒸馏水 10 份,搅拌均匀后在温度 25℃ 时用已校正的酸度计测定。

5.4 耐热性能

预先将恒温水浴箱调节到 40±1℃,把包装完整的试样一瓶,放入恒温水浴箱内,保持 24 h 后取出,恢复至室温后观察。

5.5 耐寒性能

预先将冰箱调节到规定温度,把包装完整的试样一瓶,放入冰箱内保持 24 h 后取出,恢复至室温后观察。

5.6 总固体

将试样一瓶开孔排气后,倒进备有回流冷凝器的三角烧瓶中,于 50℃ 恒温水浴下,保温 30 min 作驱赶推进剂处理后,精确称取样品 2 g 于已恒重的称量瓶中 (精确至 0.002 g),放入 105℃ 恒温干燥箱中干燥 3 h,取出放入干燥器内冷却至室温后迅速称量。

总固体含量 X_1 (%) 按(1)式计算

$$X_1(\%) = \frac{W'}{W} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: X_1 ——总固体含量 (%);

W' ——样品烘 3 h 恒重后质量 (g);

W ——样品质量 (g)。

5.7 残留物

按使用说明将已称重的产品内容物全部喷出，然后称重，再将包装罐打开，倒出残留物擦干净后再称取空罐重，然后按(2)式计算。

$$X(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_3 - W_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——残留物含量(%)，

W_1 ——将摩丝喷出后连罐重量(g)；

W_2 ——空罐重量(g)；

W_3 ——产品总重(连罐)(g)。

5.8 泄漏试验

预先将恒温水浴箱调至50℃，然后放入产品，3 min内以每分钟冒出气泡不超过5个为合格。

5.9 内压力

取试样一瓶，除去帽盖套，拔去喷头，装上金属接管和压力表(0~1.0 MPa，精度1.5)然后置于已恒温至25℃水浴箱中30 min。将压力表朝下压，读出指针稳定后的压力表读数。

5.10 汞、铅、砷、甲醇

按GB 7917进行。

5.11 质量

取试样10瓶称其毛重，然后取空包装10套称其皮重，按下式计算：

$$\bar{W} = \frac{W_{\text{毛}} - W_{\text{皮}}}{10} \dots\dots\dots (3)$$

式中： \bar{W} 为10瓶平均重量，g；

$W_{\text{毛}}$ 为10瓶毛重，g；

$W_{\text{皮}}$ 为10瓶皮重，g。

6 检验规则

按QB/T 1684执行。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

按QB/T 1685执行。

7.2 包装

7.2.1 包装及外观质量 按QB/T 1685执行。

7.3 运输

必须轻放轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 40℃ 通风干燥的仓库内，不得靠近火炉暖气，堆放时必须离地 20 cm，外墙 50 cm，中间应留通道，按箱子箭头堆放，不得倒放。

7.4.2 保质期

出厂产品由出厂日期起算保质期。在保质期内产品，应按本标准要求贮存。

附加说明：

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由广州化妆品厂负责起草。

本标准主要起草人：阮庭辉。

中华人民共和国行业标准

定型发胶

QB 1644—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了定型发胶产品的技术要求, 试验方法, 检验规则, 标志, 包装, 运输, 贮存等要求。

本标准适用于以高分子聚合物、酒精等经调香配制而成为固定修饰、美化发型的液体喷发胶。

2 引用标准

GB/7917.4 化妆品卫生化学标准检验方法 甲醇

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

QB/T 1684 化妆品检验规则

3 产品分类

按定型发胶的喷射动力分为气压式喷发胶和泵式喷发胶。

4 技术要求

4.1 理化指标

理化指标应符合下表要求

项 目	指 标 要 求
色 泽	符合标样色泽
香 气	符合规定之香型
总固体 %	标准值 ± 0.5
喷出率(气压式喷发胶) %	≥ 95
泄漏试验(气压式喷发胶)	在 50℃ 恒温水浴中, 不得出现泄漏现象
内压力(气压式喷发胶) MPa	在 25℃ 恒温水浴中试验 < 0.8
起喷次数(泵式喷发胶) 次	≤ 5
甲 醇 %	≤ 0.2

中华人民共和国轻工业部 1993-01-15 批准

1993-09-01 实施

4.2 质量公差

每瓶产品质量公差为±5%。

5 试验方法

5.1 色泽

按产品使用方法喷出试样，与标样对照。

5.2 香气

将产品按使用方法取出，用试香纸蘸取试样与标样，间歇嗅之，鉴别其香气是否符合规定之香型。

5.3 总固体

5.3.1 气压式喷发胶

将试样一瓶开孔排气后，倒进备有回流冷凝器的三角烧瓶中，于50℃恒温水浴下，保持30 min作驱赶推进剂处理后，精确称取样品2 g于恒重的称量瓶中（精确至0.002 g），放入105℃恒温干燥箱中干燥3 h，取出放入干燥器内冷却至室温后迅速称量。

5.3.2 泵式喷发胶

精确称取样品2 g于恒重的称量瓶中（精确至0.002 g），放入105℃恒温干燥箱中干燥3 h，取出放入干燥器内冷却至室温后迅速称重。

5.3.3 计算

总固体含量 X_1 (%)按下式计算

$$X_1 = \frac{W'}{W} \times 100 \quad (1)$$

式中： X_1 ——总固体含量 (%)；

W' ——样品烘3 h恒重后质量 (g)；

W ——样品质量 (g)。

5.4 喷出率 (%)

取试样一瓶称重后，按罐上标注的正确喷射方法，喷出剂液，喷毕称重，将包装罐打开倒出余液擦干净后称空罐重。

喷出率 X (%)按下式计算

$$X (\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_3} \times 100 \quad (2)$$

式中： W_1 ——喷液前罐重 (g)；

W_2 ——喷液后罐重 (g)；

W_3 ——倒出余液后空罐重 (g)。

5.5 泄漏试验

预先将恒温水浴箱调至 50℃，然后放入产品，3 min 内以每分钟冒出气泡不超过 5 个为合格。

5.6 内压力

取试样一瓶，除去帽盖套，拔去喷头，装上金属接管和压力表（0~1.0 MPa，精度 1.5），然后于已恒温至 25℃ 水浴箱中 30 min。将压力表朝下压，读出指针稳定后的压力表读数。

5.7 起喷次数

将泵式喷发胶按动，至开始喷出液体止，计算按动次数。

5.8 甲 醇

按 GB 7917.4 进行。

5.9 质 量

取试样 10 瓶称其毛重，然后取空包装 10 套称其皮重，按下式计算：

$$\bar{W} = \frac{W_{\text{毛}} - W_{\text{空}}}{10} \dots\dots\dots (3)$$

式中：\$\bar{W}\$ 为 10 瓶平均重量，g；

\$W_{\text{毛}}\$ 为 10 瓶毛重，g；

\$W_{\text{空}}\$ 为 10 瓶皮重，g。

6 检验规则

按 QB/T 1684 执行。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标 志

按 QB/T 1685 执行。

7.2 包 装

7.2.1 包装及外观质量 按 QB/T 1685 执行。

7.3 运 输

必须轻放轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮 存

7.4.1 应贮存在温度不高于 40℃ 的通风干燥的仓库内，不得靠近火炉暖气，堆放时必须离地 20 cm，离外墙 50 cm，中间应留通道，按箱子箭头堆放，不得倒放。

7.4.2 保质期

出厂产品由出厂日期起算保质期。在保质期内产品，应按本标准要求贮存。

附加说明：

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由广州化妆品厂负责起草。

本标准主要起草人：阮庭辉。

中华人民共和国行业标准

洗 面 奶

QB/T 1646—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了洗面奶的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以清洁面部皮肤为主要目的，同时兼有保护皮肤作用的洗面奶产品。

2 引用标准

GB 7916 化妆品卫生标准

GB 11431 润肤乳液

GB/T 13531.1 化妆品通用试验方法 pH值的测定

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

QB/T 1684 化妆品检验规则

3 产品分类

根据洗面奶产品结构、添加剂不同，洗面奶可分为普通型、磨砂型和辅助功效型三种类型。

4 技术要求

产品卫生指标符合 GB 7916 有关规定要求。

4.1 理化指标

理化指标应符合下表要求。

4.2 质量要求

4.2.1 瓶装产品容量允差幅度规定

每瓶 ≤ 100 ml $\pm 2.5\%$

每瓶 ≥ 100 ml $\pm 3.5\%$

4.2.2 瓶装产品质量允差幅度规定

每瓶 ≤ 100 g $\pm 2.5\%$

每瓶 ≥ 100 g $\pm 2.0\%$

散装产品不得低于规定的重量。

4.3 包装外观要求

中华人民共和国轻工业部 1993-01-15 批准

1993-09-01 实施

项 目	指 标 要 求
色 泽	符合规定色泽
香 气	符合规定香型, 无异味
膏 体	细腻, 有一定流动性
pH 值	4.5~8.5
粘度 (25℃, Pa·s)	标准值±2.0
离心分离	2000 r/min, 30 min 无油水分离 (颗粒沉淀除外)
耐 热	40±1℃ 24 h, 恢复室温无分层, 变稀, 变色现象
耐 寒	-10±1℃ 24 h, 恢复室温无分层, 泛粗, 变色现象

应符合 QB/T 1685《化妆品产品包装外观要求》规定。

5 试验方法

5.1 色泽

在非阳光直射的试验条件下, 用目测对比, 与规定色泽一致。

5.2 香气

用辨香纸蘸取样品, 嗅觉辨别, 符合规定香型, 无异味。

5.3 膏体

取试样与标样在非阳光直射下, 用目测对比检查, 符合规定。

5.4 pH 值

按 GB/T 13531.1 方法检测。

5.5 粘度

5.5.1 仪器

温度计, 精度 0.5℃, 一支。

NDJ—I 型旋转粘度计, 一台。

200 ml 高型烧杯, 一只。

5.5.2 操作

取适量样品于 200 ml 高型烧杯中, 水浴使之恒温 25±1℃, 用 NDJ—I 型粘度计测定, 测定三次读数, 取平均值。

粘度 < 10 Pa·s, 25℃, 用 3° 转子, 12 转速。

粘度 ≥ 10 Pa·s, 25℃, 用 4° 转子, 12 转速。

5.6 离心分离

按 GB 11431 中 5.7 条方法检测。

5.7 耐热

5.7.1 仪器

温度计, 精度 0.5°C : 一支;

电热恒温培养箱, 灵敏度 1°C : 一台;

5.7.2 操作

预先将电热恒温箱调节到 $40 \pm 1^{\circ}\text{C}$, 取试样两瓶, 一瓶放入恒温培养箱内, 一瓶室内保存作标样, 24 h 后取出耐热样品, 恢复至室温与保存标样相比, 应无分层, 变稀, 变色现象。

5.8 耐寒

5.8.1 仪器

温度计, 精度 0.5°C : 一支。

冰箱, 灵敏度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$: 一台。

5.8.2 操作

预先将冰箱调节到 $-10 \pm 1^{\circ}\text{C}$, 取试样两瓶, 一瓶放冰箱内, 一瓶室温保存作标样, 24 h 后取出耐寒样品, 恢复至室温与保存标样相比, 应无分层, 泛粗, 变色现象。

5.9 容量允差

5.9.1 仪器

量筒 100 ml: 一只

5.9.2 操作

随机取样 10 瓶, 用量筒分别加入 $V_1, V_2, V_3 \cdots V_{10}$ ml 的蒸馏水到瓶满为止, 则得装满 10 瓶样品所需蒸馏水体积:

$$V = V_1 + V_2 + \cdots + V_{10} \cdots \cdots (1)$$

然后将以上样品全部倒出, 洗净, 阴干, 用量筒分别加入 $V'_1, V'_2, V'_3 \cdots V'_{10}$ ml 蒸馏水则得装满 10 瓶样品瓶所需蒸馏水体积:

$$V' = V'_1 + V'_2 + \cdots + V'_{10} \cdots \cdots (2)$$

则样品的平均容量 (ml) 为

$$V_x = (V' - V) / 10 \cdots \cdots (3)$$

检查 V_x 是否在允差范围之内。

5.10 质量允差

5.10.1 仪器

托盘天平, 精度 0.5 g。

5.10.2

随机取样 10 瓶, 用天平分别称得 $W_1, W_2, W_3, \cdots W_{10}$, 则得总重:

$$W_{\Sigma} = W_1 + W_2 + \cdots + W_{10} \cdots \cdots (4)$$

然后将以上样品全部倒出, 洗净, 烘干, 用天平分别称空瓶重 $W'_1, W'_2, W'_3 \cdots W'_{10}$, 则得空瓶总重:

$$W_{\Sigma}' = W'_1 + W'_2 + \cdots + W'_{10} \cdots \cdots (5)$$

则检品的平均质量 (g) 为

$$\bar{W} = (W_{\text{总}} - W_{\text{空}}) / 10 \dots\dots\dots (6)$$

检查 \bar{W} 是否在允差范围之内

6 检验规则

按 QB/T 1684 执行。

7 标志，包装，运输，贮存。

7.1 标志

按 QB/T 1685 执行。

7.2 包装

用瓦楞中包装，中包装有隔板，大包装采用双瓦楞纸，箱内应装实，无空隙，并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

按 GB 11431 中 7.4 条要求执行。

7.5 保质期

三年之内质量无变化的可以不标保质期，三年内质量可能发生变化的要注明其保质期，保质期从产品生产之日起算。

附加说明：

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由重庆奥妮化妆品有限公司负责起草。

本标准主要起草人：李勇，陈华明。

中华人民共和国行业标准

化妆品检验规则

QB/T 1684—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化妆品检验规则。

本标准适用于各类化妆品的出厂交收检验和型式检验。

2 引用标准

GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表(适用于连续批的检查)

3 术语

3.1 常规检验项目

指每批产品必检的项目,包括理化指标、感官指标、卫生指标中细菌总数、重量指标和外观要求。

3.2 非常规检验项目

指非逐批检验的项目,如卫生指标中除细菌总数以外的其它项目。

3.3 适当处理

指不破坏销售包装,从整批化妆品中剔除个别不合格品的挑拣过程。

3.4 样本

指每批抽样量的全体。

3.5 单位产品

指单件化妆品,以瓶、支、袋、盒为计件单位。

4 检验分类

4.1 交收检验

4.1.1 产品出厂前由生产厂的检验部门按产品标准逐批进行检验,符合标准方可出厂,每批出厂产品都应附有合格证。

4.1.2 收货方可以交货批为批量,按本标准规定进行检验。

4.1.3 交收检验项目为常规检验项目。

4.2 型式检验

4.2.1 一般情况下每年不得少于一次,有下列情形之一时,也应进行型式检验。

a. 当原料、工艺、配方有重大改变,可能影响产品性能时;

中华人民共和国轻工业部 1993-03-28 批准

1993-10-01 实施

- b. 产品长期(6个月以上)停产后恢复生产时;
- c. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- d. 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

4.2.2 型式检验的项目包括常规检验项目和非常规检验项目。

5 批的组成

工艺条件、品种、规格、生产日期相同的产品为一批。收货方也可按一次交货产品为一批。

6 抽样

6.1 交收检验抽样

6.1.1 包装外观检验项目的抽样按 GB 2828 的二次抽样方案抽样。其中检查水平(IL)、合格质量水平(AQL)、不合格(缺陷)分类见表 1 规定。

表 1

不合格(缺陷)分类	检查水平 IL	合格质量水平 AQL
B 类(重)不合格	II	2.5
C 类(轻)不合格	II	10.0

6.1.2 属破坏性试验的项目按 GB 2828 二次抽样方案抽样, 其中 $IL=S-3$, $AQL=4.0$ 。

6.1.3 包装外观检验项目的内容见表 2 规定。

表 2

检验项目	B 类不合格	C 类不合格
瓶 盖 袋 盒 软管 喷雾罐 旋管	冷爆、破碎、泄漏、齿牙松脱、(毛口)毛刺 破碎、裂纹、爆裂、漏放内盖 封口开口、漏液、穿孔 毛口、开启松紧不宜, 镜面和内容物与盒粘 结脱落, 严重瘪听 封口开口、漏液、滑牙、破碎 喷头不畅, 凸听 松紧不当, 旋出推出不灵活	除 B 类不合格项目外的外观缺陷
化妆笔	笔杆开胶 ¹⁾ , 漆膜开裂 ¹⁾ , 笔套配合不当	标志不清晰, 表面不光洁
外盒 商标、说明书 盒头(贴)、合格证	错装、漏装 字迹模糊, 漏贴、倒贴、错贴	除 B 类不合格项目外的外观缺陷

注 1) 该项目为破坏性试验。

6.1.4 感官理化指标和卫生指标检验的抽样，按检验项目随机抽取相应的样本，作各项感官理化指标和卫生指标的检验。

6.1.5 重量(容量)指标检验，随机抽取 10 份单位样本，按相应的产品标准中试验方法，称取其平均值。

6.2 型式检验抽样

6.2.1 型式检验中的常规检验项目以交收检验结果为依据，不再重复抽样。

6.2.2 型式检验的非常规检验项目可从任一批产品中抽取 2~3 单位样本，按产品标准规定的方法检验。

7 判定规则

7.1 交收检验判定规则

7.1.1 当卫生指标不符合相应标准时，该批产品即判为不合格批，不得出厂。

7.1.2 当感官理化指标中任一项不符合相应的产品标准时，允许对该项指标进行复验，由供需双方共同抽样，若仍不合格，则判该批产品为不合格批，不得出厂。

7.1.3 当重量(容量)指标不符合相应的产品标准时，允许进行加倍复检，仍不合格时，该批产品判为不合格批。

7.1.4 当外观指标检验时，第一次样本中不合格品小于等于 A_1 ，即判该批产品外观为合格；当样本中不合格品大于等于 R_1 时，即判该批产品外观为不合格；当第一次样本不能判断时，抽取第二样本。当二次检查中不合格品总数小于等于 A_2 ，即判该批产品外观合格；当不合格品总数大于等于 R_2 时，即判该批产品外观不合格。

7.2 型式检验判定规则

7.2.1 型式检验中的常规检验项目的判定与交收检验判定规则相同。

7.2.2 型式检验中的非常规检验项目中有一项不符合产品标准规定时，即判整批产品为不合格。

7.3 当供需双方对产品质量发生争议时，由双方共同按本标准进行抽样检验，或委托上级质监站进行仲裁检验。

8 转移规则

8.1 除非另有规定，在检查开始时应使用正常检查。

8.2 从正常检查到加严检查

当正常检查时，若在连续五批中有两批经初次检查(不包括再次提交检查批)不合格，则从下一批转到加严检查。

8.3 从加严检查到正常检查

当进行加严检查时，若连续五批经初次检查(不包括再次提交检查批)合格，则从下一批检查转到正常检查。

9 检查的暂停和恢复

加严检查开始后,若不合格批数(不包括再次提交检查批)累计到五批,则暂时停止产品交收检查。

暂停检查后,若生产方确实采取了措施,使提交检查批达到或超过标准要求,则经主管部门同意后,可恢复检查。一般从加严检查开始。

10 检查后处置

10.1 重量(容量)不合格批和 B 类不合格批,允许生产厂经适当处理后再次提交检查,再次提交按加严抽样方案进行检查。

10.2 C 类不合格批,生产方经适当处理后再次提交检查,按加严抽样方案进行检查或由供需双方协商处理。

附加说明:

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由上海市日用化学工业研究所、上海轻工业局标准计量所、上海日用化学公司、上海百货公司化洗分公司负责起草。

本标准主要起草人:姜慧敏、吴文昭、刘学妙、张爱华、苏桦。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化妆品产品包装的外观要求。

本标准适用于各类化妆品。

2 包装分类

按化妆品的包装材料品种分为：

- a. 瓶（包括塑料瓶、玻璃瓶）；
- b. 盖〔包括外盖、内盖（塞、垫）〕；
- c. 袋（包括纸袋、塑料袋、复合袋）；
- d. 软管；
- e. 盒（包括纸盒、塑料盒、铁盒）；
- f. 喷雾罐；
- g. 旋管（包括唇膏管、粉底管）；
- h. 化妆笔；
- i. 外盒包装（包括花盒、巾盒、大箱）；
- j. 其它。

3 化妆品产品包装外观要求

产品包装所有材质应保证无毒、安全。

3.1 瓶

3.1.1 瓶身完整、平稳端正、光滑，厚薄基本均匀，不得有冷爆、裂痕，无明显疤痕、变形。

3.1.2 瓶口端正、光滑，不得有毛刺（毛口），螺纹等配合结构完好、端正。

3.1.3 瓶内外洁净。

3.1.4 瓶与盖配合严紧，无滑牙、松脱、泄漏现象。

3.2 盖

3.2.1 内盖

3.2.1.1 完整、光滑，无变形，洁净，无尘土、油污等。

3.2.1.2 与瓶及外盖配合良好，不得漏放。

3.2.2 外盖

3.2.2.1 端正、光滑，无破碎、裂纹、毛刺（毛口）及爆裂现象，色泽均匀，不得迁色，与标准样品一致。

3.2.2.2 螺纹等配合结构完好。

3.2.2.3 加有电化铝或烫金的应均匀完整，色泽与标准样品一致。

3.2.2.4 翻盖类外盖翻起灵活。

3.2.2.5 盖与瓶配合严紧，无滑牙、松脱、泄漏等现象。

3.3 袋

3.3.1 不得有皱纹、划伤、空气泡，色泽与标准样品一致。

3.3.2 封口要牢固、端正，不得有开口、穿孔、漏膏（液）等现象。

3.3.3 复合袋复合牢固，镀膜均匀。

3.4 软管

3.4.1 管身光滑、整洁、厚薄均匀，无明显划痕，色泽与标准样品一致。

3.4.2 封口要牢固、端正，不得有开口、皱折等现象。

3.4.3 盖应符合 3.2 规定要求。

3.5 盒

3.5.1 盒面光滑、端正，不得有明显露底划痕、毛刺（毛口），色泽均匀，与标准样品一致。

3.5.2 开启松紧度适宜，达到 4.2 试验要求。

3.5.3 盒内镜面、内容物与盒粘结牢固，镜面映像良好。无露底划痕及破损现象。

3.6 喷雾罐

3.6.1 罐体平整，无锈斑，焊缝平滑，主要部位无明显划伤，色泽均匀，与标准样品一致。

3.6.2 卷口平滑，不得有裂纹和变形。

3.6.3 盖应符合 3.2 要求。

3.7 旋管

3.7.1 管体端正、光滑，不得有明显划痕，色泽均匀，与标准样品一致。

3.7.2 管体配合松紧适宜，应保证膏体正常旋出或推出。

3.8 化妆笔

3.8.1 笔杆应光滑、端正，笔杆不开胶，油漆不开裂。

3.8.2 笔套表面光洁，松紧合适。

3.8.3 标志应完整，字迹清晰。

3.9 商标、说明书、盒头贴及合格证

3.9.1 印刷商标应图案端正，套色分明，字迹清晰、牢固。

3.9.2 商标要贴牢固，不得歪斜、漏贴、倒贴、错贴，贴实后不翘角、不翘边。

3.9.3 说明书印刷图面整洁，字迹清楚。

3.9.4 盒头(贴)印刷字迹、图案清楚。

3.9.5 合格证印刷字迹、图案清楚,并有厂名、检验员代号等标记。

3.10 外盒包装(花盒、中盒、大箱)

3.10.1 花盒

3.10.1.1 花盒应与中盒包装配套严紧。

3.10.1.2 花盒应洁净、端正、平整,无皱折、缺边、缺角现象。

3.10.1.3 花盒的粘合部位粘合牢固,无粘贴痕迹、开裂及相互粘连现象,色泽均匀,与标样一致。

3.10.1.4 产品无错装、漏装、倒装现象,盒盖盖好。

3.10.1.5 产品的花盒(含产品包装)应注明产品的商标、品名、厂名、厂址、生产日期(保质期)、容量或质量、许可证号,必要时须有使用说明。

3.10.2 中盒

3.10.2.1 中盒应洁净、端正、平整。

3.10.2.2 产品无错装、漏装、倒装现象。

3.10.2.3 盒头(贴)应端正、清楚、完整,并有品名、数量、厂名等标志。

3.10.3 大箱

3.10.3.1 大箱应整洁、端正、平滑,封箱牢固。

3.10.3.2 产品无错装、漏装、倒装现象。

3.10.3.3 大箱外的标志应清楚、完整,位置适中,并有品名、厂名、厂址、许可证号、规格、数量、毛重、体积、出厂日期、注意事项等标志。

3.11 其它

3.11.1 泵式喷雾罐,应符合3.1和3.6中相应的规定要求。

3.11.2 对产品的保质期标注,其产品质量三年以上不出问题的可以不注明。

3.11.3 执行的标准号应标注在产品或其说明书、包装物上。

4 试验方法

4.1 目测与标样比较应达到规定要求。

4.2 盒类产品松紧度试验

样品不可用手指强行剥开,捏住盖边,底不自落为试验合格。

附加说明:

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由北京丽源公司、北京日用化学三厂、北京丽源日用化学厂负责起草。

本标准主要起草人:庞清、李蕾、马秀珍、董树芬、刘佐瀛。

中华人民共和国行业标准

雪 花 膏

QB/T 1857—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了雪花膏的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于供人体皮肤滋润的雪花膏、水包油护肤膏霜。

2 引用标准

GB 7916 化妆品卫生标准

GB/T 13531.1 化妆品通用检验方法 pH值的测定

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

QB/T 1684 化妆品检验规则

3 产品分类

根据产品结构、色泽、香型、添加剂不同，分为普通型、营养型和辅助效型（增白、粉质、磨面等）三种。

4 技术要求

产品卫生指标符合 GB 7916 有关规定要求。

4.1 感观指标、理化指标

指 标 名 称			指 标 要 求
感观指标	色 香 膏	泽 气 体	符合规定色泽 符合规定香型 细腻
理化指标	pH 耐 耐	值 热 寒	4.0~8.5 (含有粉质雪花 ≤ 0.0) 40℃, 24 h 膏体无油水分离现象。 -5~-15℃, 24 h, 恢复室温后膏体无油水分离现象。

4.2 容量要求

4.2.1 瓶装产品容量允差幅度规定

中华人民共和国轻工业部批准

1984-07-01 实施

$\leq 50 \text{ g (ml)} \pm 8.0\%$

$51 \sim 200 \text{ g (ml)} \pm 7.5\%$

4.2.2 塑袋产品容量允差幅度规定

$\leq 200 \text{ g (ml)} \pm 4.0\%$

4.3 外观要求

应符合 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》规定。

5 试验方法

5.1 色泽检验

用目力在室内无阳光直射处观察。

5.2 香气检验

凭嗅觉鉴定香气。

5.3 膏体检验

用目力在室内无阳光直射处观察。

5.4 pH 值

按 GB/T 13531.1 《化妆品通用检验方法 pH 值的测定》检测。

5.5 耐热

5.5.1 仪器

离心试管 1 支

电热恒温培养箱（灵敏度 $\pm 1^\circ\text{C}$ ）1 台

5.5.2 操作

预先将电热恒温培养箱调节到 $40 \pm 1^\circ\text{C}$ ，把试样移入离心试管中（约 1/3 高度），并用软木塞塞紧瓶口。放在电热恒温培养箱内保持 24 h 后取出，观察。

5.6 耐寒

5.6.1 仪器

温度计（精度 0.5°C ）1 支

冰 箱（灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$ ）1 台

5.6.2 操作

预先将冰箱调节到 $-5 \sim -15 \pm 1^\circ\text{C}$ 把包装完整的试样一瓶放入冰箱内。保持 24 h 后取出，恢复室温后观察。

5.7 容量允差

5.7.1 仪器

托盘天平（感量 0.5 g ）1 台

5.7.2 操作

取试样 10 瓶（袋）称取其毛重，然后去尽内容物，洗净烘干，称取皮重，按下式计算平均重量，按规定容量计算允差。

$$\bar{W} = \frac{W_{\text{总}} - W_{\text{空}}}{10}$$

式中: \bar{W} ——10 瓶平均重量, g;

$W_{\text{总}}$ ——10 瓶毛重, g;

$W_{\text{空}}$ ——10 瓶皮重, g。

若以毫升表示, 按料体比重换算。

6 检验规则

按 QB/T 1684 《化妆品检验规则》执行。

7 标志、包装、运输、贮存、保质期

7.1 标志、包装

按 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》执行。

7.2 运输

必须轻装轻卸, 按箱子箭头标志堆放, 避免剧烈震动、撞击和日晒、雨淋。

7.3 贮存

应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内, 堆放时必须距离地面 20 cm, 内墙 50 cm, 中间留有通道, 不得倒放, 切忌靠近水源或暖气, 并严格掌握先进、先出原则。

本产品的保质期应根据产品特性合理确定, 凡符合上述运输、贮存条件且包装完整未经启封的产品, 在保质期内其质量应符合本标准有关规定。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由上海日用化学品四厂负责起草。

本标准主要起草人: 陈友玲、洪亦民、施琪芳。

自本标准实施之日起, 原中华人民共和国轻工业部发布的部标准 QB 963-85 废止。

中华人民共和国行业标准

香水、花露水

QB/T 1858—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了香水和花露水的技术要求，试验方法，检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于卫生化妆用的香水和花露水。

2 引用标准

GB 7916 化妆品卫生标准

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

QB/T 1684 化妆品检验规则

3 技术要求

产品卫生指标(甲醇含量)应符合 GB 7916 化妆品卫生标准有关规定要求。

3.1 感官指标、理化指标见表：

指 标 名 称		指 标	
		香 水	花 露 水
感官指标	色 泽	符 合 规 定	
	香 气	符合规定的香型	
	清晰度	水质清晰，不得有明显杂质和黑点	
理化指标	密度 g/mL(20℃)	规定值±0.02	
	浊 度	5℃水质清晰，不浑浊	10℃水质清晰，不浑浊
	色泽稳定性	48℃±1℃，24 h 维持原有色泽不变	

3.2 容量要求

$\leq 2 \text{ mL}$ $\pm 0.2 \text{ mL}$

$2 \text{ mL} < \text{容量} \leq 25 \text{ mL}$ $\pm 2 \text{ mL}$

$> 25 \text{ mL}$ $\pm 8\%$

3.3 外观要求

按 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》执行。

中华人民共和国轻工业部批准

1994-07-01 实施

4 试验方法

4.1 感官试验方法

4.1.1 色泽

取样于 25 mL 比色管内,在室温和非阳光直射下目测。

4.1.2 香气

先将等量的试样和规定试样分别放在相同的容器内,然后按下列程序进行鉴定。

用 0.5~1.0 cm 宽, 10~15 cm 长的吸水纸作为评香纸, 分别蘸取试样和标样约 1~2 cm (两者须接近), 用嗅觉来鉴定。除辨其当时的香气外, 还要鉴别其在挥发过程中的全部香气应与规定相符, 无异杂气味。

4.1.3 清晰度

原瓶在室温和非阳光直射下距观察者 30 cm 处观察。

4.2 理化试验方法

4.2.1 密度

4.2.1.1 仪器

密度瓶 带有温度计的 25 mL 密度瓶

恒温水浴锅 温控精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$

4.2.1.2 试验步骤

取干净并已知质量的密度瓶, 加满蒸馏水, 插入带有温度计的瓶盖, 置于 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴锅中, 使密度瓶的温度计在 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 范围内保持 10~20 min 后, 用滤纸擦干净密度瓶外面, 盖上小帽。立即称其质量 (准确至 0.0002 g), 倒去蒸馏水并烘干或用试样洗涤密度瓶, 按上述步骤加入试样恒温并称量。按下式计算结果:

$$\rho(20^\circ\text{C}) = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1}$$

式中: $\rho(20^\circ\text{C})$ ——密度, g/mL;

m_1 ——密度瓶的质量, g;

m_2 ——试样和密度瓶的质量, g;

m_3 ——水和密度瓶的质量, g。

4.2.2 浊度

4.2.2.1 仪器

温度计 精度 $\pm 0.2^\circ\text{C}$

玻璃试管 直径 2 cm, 长 13 cm

直径 3 cm, 长 15 cm

烧杯 800 mL

4.2.2.2 试验步骤

取试样一份, 分别倒入预先烘干的 2×13 cm 的玻璃试管中, 样品高度为试管的 $1/3$ 处, 将待测试样的瓶口用带有串联温度计的塞头塞紧, 外套 3×15 cm 的试管, 使有试

样的试管固定在外套管中央，外套管用 800 mL 的冰浴烧杯冷却，使试样温度逐步下降，每下降 2℃ 观察一次，当达到规定温度时立即观察。如图 1。

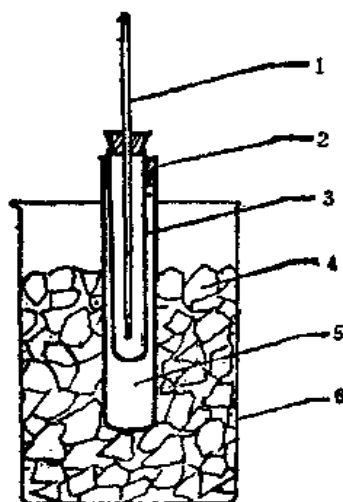


图 1

1. 温度计 2. 软木塞 3. 试管 4. 机冰 5. 外套试管 6. 烧杯

4.2.3 色泽稳定性

4.2.3.1 仪器

温度计 精度±0.5℃
电热恒温培养箱 温控精度±1℃

4.2.3.2 试验步骤

将试样一式二份，分别倒入 $\phi 2 \times 13$ cm 的试管内，高度约 2/3，并塞上干净的软木塞，把一支待检的试管置于预先调节至 $48^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 恒温培养箱内，1 h 后打开软木塞一次，然后仍旧塞好，继续放入恒温培养箱内，经 24 h 后取出，与另一份样品进行目测比较。

4.3 容量允差

日常试验以每 10 瓶平均计算。如发生异议时采用每 100 瓶平均值为准。

5 检验规则

按 QB/T 1684 《化妆品检验规则》执行。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志和包装按 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》执行。

6.2 运输

必须轻放、轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

6.3 贮存

应贮存在温度不高于 35℃ 的通风干燥仓库内，不得靠近火炉和暖气。贮存时必须距地面 20 cm，距内墙 50 cm，中间应留通风道。按箱子箭头堆放，并掌握先进先出原则。

在规定运输和贮存条件下，而且产品在包装完整和未经启封的情况下，保质期按 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》中有关保质期的规定执行。

附加说明：

本标准由中华人民共和国轻工部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由上海家化联合公司负责起草。

本标准起草人：王寒洲、金成强。

自本标准实施之日起，原中华人民共和国轻工业部发布的部标准，QB 965—85 废止。

中华人民共和国行业标准

香粉、爽身粉、痱子粉

QB/T 1859—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粉剂产品中的香粉、爽身粉和痱子粉的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以粉体原料为基质，添加其它辅料成份配制而成的香粉、爽身粉和痱子粉。

2 引用标准

GB 7916 化妆品卫生标准

GB/T 13531.1 化妆品通用检验方法 pH 值的测定

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

QB/T 1684 化妆品检验规则

3 术语

3.1 香粉

香粉系人的面部护肤品，由粉体基质、护肤物和芳香物等所组成。具有抵御风沙扑打，减弱高温刺激及紫外线伤害，遮蔽或弥补面部瑕疵、芳肌等作用。

3.2 爽身粉

爽身粉系人的体部护肤卫生品，由粉体基质、吸汗剂等所组成。浴后使用，具有吸汗、爽肤、芳肌等作用。

3.3 痱子粉

痱子粉系人的体部护肤卫生品，由粉体基质、吸汗剂、杀菌剂等所组成。具有吸汗杀菌、防痱、止痒等作用。

4 产品分类

按产品使用对象分为婴儿用品、儿童用品、成人用品。

5 技术要求

卫生指标符合 GB 7916 要求。

5.1 感官、理化指标应符合下表规定

中华人民共和国轻工业部批准

1994-07-01 实施

指 标 名 称		指 标 要 求
感官指标	粉 体 色 泽 香 气	洁净, 无明显杂质黑点 符合规定色泽 符合规定香型
理化指标	pH 值 细度 (120 目) %	4.5~9.5 ≥95

5.3 容量公差

50 g 以上 ±6%;

50 g 以下 ±8%。

5.4 外观要求

应符合 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》规定。

6 试验方法

6.1 感官及理化指标

6.1.1 粉体

取适量粉样, 置于白色衬物上, 在室内光亮处, 用肉眼观察粉体。

6.1.2 色泽

取适量粉样, 置于白色衬物上, 在室内光亮处, 用肉眼观察粉体。

6.1.3 香气

取适量粉样, 涂抹在皮肤上用鼻子嗅察。

6.1.4 pH 值

按 GB/T 13531.1 《化妆品通用试验方法 pH 值的测定》检测。

6.1.5 细度

6.1.5.1 仪器

天平(感量 0.01 克): 一台

120 目标准筛: 一只

软毛板刷(约 4 cm 宽, 5 cm 长): 一只

6.1.5.2 操作

称取约 5 g 粉体, 置于 120 目筛内, 用软毛刷刷落粉体, 称取筛出物重量。试测两次取均值。

6.1.5.3 计算

$$\text{细度}\% = \frac{W_1}{W_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: W_0 ——粉体重量, g;

W_1 ——筛出物重量, g。

6.2 容量允差

6.2.1 仪器

架盘天平(感量 0.1g)，一台

6.2.2 操作

取样品 10 个，称其毛重，倒出粉体，擦试干净，称其皮重。

6.2.3 计算

$$\bar{W} = \frac{W_{\text{总}} - W_{\text{皮}}}{10} \dots\dots\dots (2)$$

式中： \bar{W} ——10 个样品平均容量，g；

$W_{\text{总}}$ ——10 个样品总毛重，g；

$W_{\text{皮}}$ ——10 个样品总皮重，g。

按规定容量计算容量允差。

7 检验规则

按 QB/T 1684 《化妆品检验规则》执行。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志、包装

按 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》执行。

8.2 运输

运输时必须轻装轻卸，按箱子箭头标志堆放，不得剧烈撞击和日晒雨淋。

8.3 贮存

产品应贮存在温度不高于 40℃，通风干燥的仓库内。堆放时必须离地面 20 cm，内墙 20 cm，外墙 50 cm，中间留通风道，不得倒放，切忌靠近热源、火源和水源，并应严格掌握先进先出的原则。

本产品的保质期应根据产品的特性合理确定，凡符合上述运输、贮存条件，包装完整，未经启封的产品在保质期内，其质量应符合本产品有关规定，保质期从产品生产之日起算。

附加说明：

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国化妆品标准化中心归口。

本标准由天津市日用化学厂、北京丽源公司日用化学四厂负责起草。

本标准起草人：刘新民、周文麟、田伟香、康金萍。

自本标准实施之日起，原中华人民共和国轻工业部发布的部标准 QB 966—85 废止。

中华人民共和国行业标准

洗 发 膏

QB/T 1860—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了洗发膏的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以脂肪醇硫酸钠和脂肪酸皂类及其它表面活性剂（椰子皂类除外）为主要原料，添加润湿剂、防腐剂、助洗剂、芳香物、杀菌药物、色素等辅料配制而成的洗发用品。

2 引用标准

GB/T 13531.1 化妆品通用试验方法 pH 值的测定

GB/T 13173.6 洗涤剂发泡力的测定

GB 5173 洗涤剂中阴离子活性物的测定（直接两相滴定法）

GB 7916 化妆品卫生标准

QB/T 1684 化妆品检验规则

QB/T 1685 化妆品产品包装外观要求

3 产品分类

3.1 按产品性能分为一般洗发膏、营养洗发膏、护发洗发膏。

3.2 按产品包装分为瓶装、袋装、软管装。

4 技术要求

产品卫生指标应符合 GB 7916 《化妆品卫生标准》有关规定。

4.1 理化指标

耐 热	40℃, 24 h, 膏体不流动, 无分离现象
耐 寒	0℃, 24 h, 膏体能正常使用 -10℃, 24 h, 膏体恢复室温无分离析水现象
泡沫(40℃)mm	≥100
pH 值	≤9.8
活性物含量%(以100%K ₁₂ 计)	≥8

中华人民共和国轻工业部批准

1994-07-01 实施

4.2 感官指标

膏 体	均匀、软硬适宜、无杂质
香 气	香气纯正, 符合规定香型, 无异味
色 泽	符合规定色泽

4.3 容量允差

 $\leq 15 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$
 $16 \sim 30 \text{ g} \pm 2 \text{ g}$
 $31 \sim 100 \text{ g} \pm 3 \text{ g}$
 $101 \sim 200 \text{ g} \pm 4\%$
 $201 \sim 500 \text{ g} \pm 3.5\%$

500 g 以上散装, 不低于规定容量。

4.4 包装外观要求

符合 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》的规定。

5 试验方法

5.1 理化指标

5.1.1 耐热

5.1.1.1 仪器: 电热恒温干燥箱

5.1.1.2 步骤

将试样放入已调好所需温度 ($40 \pm 1^\circ\text{C}$) 的恒温箱中, 按规定时间进行试验。小塑料袋样品, 用铁夹夹住塑料袋封口, 悬挂在电热恒温干燥箱中, 24 h 后取出, 放在 45°C 的斜面上, 观察膏体是否流动和有无变化。瓶装样品, 将瓶放置电热恒温干燥箱中, 使膏面保持水平, 24 h 后取出, 斜放成 45° , 观察膏体是否流动和有无变化。散装样品, 改为 $15 \sim 30 \text{ g}$ 小包装后, 检验方法同上。

5.1.2 耐寒

5.1.2.1 仪器

电冰箱

5.1.2.2 步骤

将试样放入调至 $0 \pm 1^\circ\text{C}$ 的冰箱内, 经 24 h 后取出检查膏体能否正常使用。

样品经 0°C 预冷 2 h, 放入调至 $-10 \pm 1^\circ\text{C}$ 的冰箱内, 24 h 后取出, 恢复室温观察试样是否正常。

5.1.3 泡沫

按 GB/T 13173.6-91 《洗涤剂发泡力的测定》方法检测。

试验浓度：2%

5.1.4 pH 值

按 GB/T 13531.1-92 《化妆品通用试验方法 pH 值的测定》方法检测。

5.1.5 活性物含量

按 GB 5173-85 《洗涤剂中阴离子活性物的测定（直接两相滴定法）》方法检测。

5.2 感官指标

5.2.1 膏体

目测和触觉检验。

5.2.2 香气

嗅觉检验。

5.2.3 色泽

目测检验。

5.3 容量允差

5.3.1 步骤

取样品 10 瓶（袋），用天平称量并记录，然后把瓶内膏体倒出，用清水清洗干净，干燥后，称量并记录。（袋装产品可用 10 只空袋称其空袋重）

5.3.2 计算

$$W = \frac{W_s - W_e}{10}$$

式中：W——10 瓶（袋）试样平均容量，g；

W_s ——10 瓶（袋）试样的毛重，g；

W_e ——10 瓶（袋）试样的空瓶（袋）重，g。

按规定容量计算容量允差。

6 检验规则

6.1 按 QB/T 1684 《化妆品检验规则》执行。

6.2 活性物含量可根据实际情况作型式检验验收。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志、包装

按 QB/T 1685 《化妆品产品包装外观要求》执行。

7.3 运输

必须轻装轻卸，按箱子箭头标志堆放，避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 38℃ 的通风干燥仓库内，堆放时必须距离地面 20 cm，内墙 50 cm，中间留有通道，不得倒放，切忌靠近水源或火源、热源，并严格掌握先进

先出原则。

产品的保质期应根据产品的特性，合理确定。凡符合上述运输、贮存条件，且包装完整，未经启封的产品，在保质期内，其质量应符合本标准的有关规定。保质期从产品生产之日算起。

附加说明：

本标准由轻工业部质量标准司提出；

本标准由全国化妆品标准化中心归口；

本标准由北京丽源公司日化三厂负责起草；

本标准主要起草人：李蕾、董树芬

自本标准实施之日起，原中华人民共和国轻工业部发布的部标准 QB 964-85 废止。